



中华人民共和国国家标准

GB/T 3653.3—2023

代替 GB/T 3653.3—1988

硼铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法

Ferroboron—Determination of silicon content—
Perchloric acid dehydration-gravimetric method

2023-11-27 发布

2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 3653 的第 3 部分。GB/T 3653 已经发布了以下部分：

- 硼铁化学分析方法 碱量滴定法测定硼量；
- 硼铁化学分析方法 气体容量法测定碳量；
- 硼铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法；
- 硼铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- 硼铁化学分析方法 色层分离硫酸钡重量法测定硫量；
- 硼铁化学分析方法 铋磷钼蓝光度法测定磷量；
- 硼铁 硫含量的测定 红外线吸收法。

本文件代替 GB/T 3653.3—1988《硼铁化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量》。与 GB/T 3653.3—1988 比较,除结构调整和编辑性改动外,主要技术变化如下：

- a) 更改了原理的内容(见第 4 章,1988 年版的第 2 章)；
- b) 更改了“试剂和材料”(见第 5 章,1988 年版的第 3 章)；
- c) 增加了“仪器和设备”(见第 6 章)；
- d) 增加了“测定次数”(见 8.1)；
- e) 更改了熔样方法,将“先酸溶再碱熔”改为“直接碱熔”(见 8.4.1,1988 年版的 5.3.1)；
- f) 更改了高氯酸的加入量,将“加入 30 mL 高氯酸”改为“加入 40 mL 高氯酸”(见 8.4.2,1988 年版的 5.3.2)；
- g) 更改了沉淀灼烧温度,将“1 000 ℃”改为“1 050 ℃”(见 8.4.6,1988 年版的 5.3.6)；
- h) 更改了“分析结果的计算和表示”(见第 9 章,1988 年版的第 6 章)；
- i) 更改了“允许差”为“精密度”(见第 10 章,1988 年版的第 7 章)；
- j) 增加了试验报告(见第 11 章)；
- k) 增加了“试样分析结果接受程序流程图”(见附录 A)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本文件起草单位：本钢板材股份有限公司、辽阳国际硼合金有限公司、武汉科技大学、青岛远诚创智科技有限公司、吉铁铁合金有限责任公司、中信锦州金属股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：田玉伟、李月华、于丽泓、教滨、宫静、吴旭、朱卫刚、黄建国、牟英华、周双清、曹英楠、王萍、连喜萍、魏艳冬、陈万峰、满毅、吴莹、王锡龙、孙卓、刘冰、李强、王海军、辛近、张璨、王晶、刘飞、张晨、刘艳婷。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1988 年首次发布为 GB/T 3653.3—1988；
- 本次为第一次修订。

引 言

由于硼铁检测过程中涉及的检测元素较多,元素的适用范围以及适用方法各不相同。为了保证硼铁检测标准的方便及准确,针对硼铁不同元素的分析方法,已经建立了支撑硼铁检测的国家标准体系。GB/T 3653 硼铁系列分析方法是我国硼铁检测的基础标准,由以下七个部分构成。

- 硼铁化学分析方法 碱量滴定法测定硼量。目的在于测量硼铁中的硼含量,采用碱量滴定法。
- 硼铁化学分析方法 气体容量法测定碳量。目的在于测量硼铁中的碳含量,采用气体容量法。
- 硼铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法。目的在于测量硼铁中的硅含量,采用高氯酸脱水重量法。
- 硼铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法。目的在于测量硼铁中的铝含量,采用 EDTA 滴定法。
- 硼铁化学分析方法 色层分离硫酸钡重量法测定硫量。目的在于测量硼铁中的硫含量,采用色层分离硫酸钡重量法。
- 硼铁化学分析方法 铈磷钼蓝光度法测定磷量。目的在于测量硼铁中的磷含量,采用铈磷钼蓝光度法。
- 硼铁 硫含量的测定 红外线吸收法。目的在于测量硼铁中的硫含量,采用红外线吸收法。

硼铁 硅含量的测定

高氯酸脱水重量法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了采用高氯酸脱水重量法测定硼铁中的硅含量的方法。

本文件适用于硼铁中硅含量的测定,测定范围(质量分数):0.50%~16.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件。不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用碳酸钠、过氧化钠熔融,使硅转化成硅酸盐,用盐酸酸化,以高氯酸二次冒烟使硅酸脱水,经过滤、洗涤,将沉淀于1 050 ℃灼烧后冷却,用甲醇低温将硼挥发,灼烧至恒量,用氢氟酸使硅成四氟化硅挥发除去,再灼烧至恒量,根据氢氟酸处理前后的质量差,计算硅的含量。

5 试剂和材料

除非另有说明外,在分析中仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

5.1 无水碳酸钠,固体。

5.2 过氧化钠,固体。

5.3 混合熔剂,2份过氧化钠加1份无水碳酸钠,混匀。