

GB/T 223.60—1997

前 言

本标准是根据中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定和 GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法编写规定，对 GB 223.60—87 钢铁及合金化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量进行修订。

根据 GB/T 1.1—1993 第4章的 4.2.3、4.3.3 以及 GB 1.4—88 第6章的 6.10 规定，这次修订中，增加了“前言”，第一章“范围”、第2章“引用标准”、第6章“取制样”和第10章“试验报告”。

本标准的附录 A 和附录 B 都是提示的附录。

本标准从生效之日起，同时代替 GB 223.60—87。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人：王玉兴、崔秋红。

本标准 1981 年以 GB 223.5(一)—81 首次发布，1987 年以 GB 223.60—87 进行了修订并确定了方法精密度。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法
高氯酸脱水重量法测定硅含量

GB/T 223.60--1997

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
—The perchloric acid dehydration gravimetric method
for the determination of silicon content

代替 GB 223.60—87

1 范围

本标准规定了用高氯酸脱水重量法测定铁、钢、高温合金和精密合金中硅含量。
本标准适用于铁、钢、高温合金和精密合金中 0.10% (m/m)~6.00% (m/m) 硅含量的测定。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 222—84 钢的化学分析用试样取样法及成品化学成分允许偏差

GB 6379--86 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法提要

用盐酸、硝酸溶解试料,用高氯酸冒烟使硅酸脱水,过滤洗净后,灼烧成二氧化硅。用硫酸-氢氟酸处理,使硅生成四氟化硅挥发除去。由除硅前后称量的质量差计算硅含量。

4 试剂和材料

- 4.1 盐酸(ρ 1.19g/mL)。
- 4.2 盐酸(5+95) 以盐酸(4.1)稀释。
- 4.3 硝酸(ρ 1.42g/mL)。
- 4.4 高氯酸(ρ 1.67g/mL)。
- 4.5 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。
- 4.6 甲醇。
- 4.7 硫酸(1+1) 以硫酸(ρ 1.84g/mL)稀释。
- 4.8 硫氰酸铵溶液(50 g/L)。

5 仪器与设备

分析中,除下列规定外,仅用通常的实验室仪器、设备。

- 5.1 铂坩埚,容积 30 mL。
- 5.2 马弗炉 可调温度范围 500℃~1100℃。

国家技术监督局 1997-03-17 批准

1997-09-01 实施

GB/T 223.60—1997

6 取制样

按 GB 222 或相应的铁的国家标准取制样。

7 分析步骤

安全须知:通常在有氨、氮的氧化物或有机物存在时,冒高氯酸烟可能引起爆炸。

氢氟酸能严重地烧伤人体,使用时应戴医用手套,用后必须立即以流水洗手。

7.1 试料量

按表 1 规定称取试样。

表 1 试料量

硅含量, % (m/m)	试料量, g
0.10~0.50	4.0±0.1, 准确至 10 mg
>0.50~1.00	3.0±0.1, 准确至 5 mg
>1.00~2.00	2.00±0.01, 准确至 1 mg
>2.00~4.00	1.00±0.01, 准确至 0.1 mg
>4.00~6.00	0.50±0.01, 准确至 0.1 mg

7.2 空白试验

与试料的测定平行,并按同样的操作做空白试验,各种试剂及其用量与试料测定的试剂及其用量完全一样。

7.3 测定

7.3.1 溶解试料

将试料(7.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 30 mL~60 mL 盐酸(4.1)-硝酸(4.3)混合酸。盖上表皿,缓慢加热至试料完全溶解(硼钢中硼含量大于 1%;或硼含量大于 0.01%,而且硅含量大于 1%时,均要除硼。试料溶解后,将试液加热浓缩至体积约为 10 mL,加入 40 mL 甲醇(4.6),移动表皿稍留空隙,低温缓慢挥发溶液至 10 mL 以下)。加入 5 mL 硝酸(4.3)。取下稍冷,用少量水冲洗表皿和杯壁。

按表 2 规定加入高氯酸(4.4)加热蒸发至冒烟,盖上表皿,继续加热使高氯酸回流 15 min~25 min。

表 2 高氯酸量

试料量(7.1), g	加入高氯酸(4.4)体积, mL
4.0±0.1	55
3.0±0.1	45
2.00±0.01	35
1.00±0.01	25
0.50±0.01	20

注

1 盐酸(4.1)-硝酸(4.3)混合酸的比例,视试样而定。含铬高、混合酸难溶的试样,先用盐酸(4.1)溶解后,再用硝酸(4.3)氧化。

2 对于含钨、钼高的试样,溶样过程中,尤其蒸发近糖浆状时,应多摇动,再用硝酸(4.3)氧化。

7.3.2 取下稍冷,用 6 mL 盐酸(4.1)润湿盐类,并使六价铬还原,加入 100 mL 热水,搅拌,微热使可溶性盐类溶解。加入少量纸浆,立即用中速滤纸过滤,用淀帚将粘附在杯壁上的沉淀仔细擦下,用热盐酸

GB/T 223.60—1997

(4.2)洗净烧杯并洗涤沉淀至无铁离子[用硫氰酸铵溶液(4.8)检查],再用热水洗涤三次。

7.3.3 将滤液及洗液移入原溶样烧杯中,加热浓缩至高氯酸冒烟,并回流 15 min~25 min。以下按 7.3.2进行。

7.3.4 将 7.3.2 和 7.3.3 所得沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,烘干,灰化,用铂坩埚盖部分盖上坩埚,在 1000℃~1050℃高温炉中灼烧 30 min~40 min(灼烧时间长短视二氧化硅的数量和钢中是否含钨钼而定)。取出,稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称量,反复灼烧至恒量。

沿坩埚内壁加 4~5 滴硫酸(4.7),5 mL 氢氟酸(4.5),低温加热至冒尽硫酸烟,再将铂坩埚置于 1000℃~1050℃高温炉中灼烧 20 min,取出、稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称量,并反复灼烧至恒量。

注

1 含铌、钽、钛、锆的试样,在 1000℃~1050℃灼烧后,取出,冷却,加入 1 mL~1.5 mL 硫酸(4.7),低温加热至冒尽硫酸烟,在 800℃灼烧 10 min。取出,置于干燥器中,冷却至室温,称量,并反复灼烧至恒量。沿坩埚内壁加约 1 mL 硫酸(4.6),5 mL 氢氟酸(4.5),低温加热至冒尽硫酸烟,再在 800℃灼烧至恒量。

2 含钨、钼较高的试样,在灼烧沉淀过程中,需取出铂坩埚用铂丝搅碎沉淀,以加速钨、钼挥发。氢氟酸挥硅后于 800℃灼烧至恒量。

8 分析结果及其表示

以质量百分数表示的硅含量由式(1)计算:

$$Si[\%(m/m)] = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4674}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——氢氟酸处理前铂坩埚与沉淀质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后铂坩埚与残渣质量, g;

m_3 ——氢氟酸处理前铂坩埚与空白试验的沉淀质量, g;

m_4 ——氢氟酸处理后铂坩埚与空白试验的残渣质量, g;

m_0 ——试料量, g;

0.4674——二氧化硅换算为硅的换算系数。

9 精密度

本标准的精密度是在 1986 年由 10 个实验室以 6 个硅的水平,每个实验室对每个硅的水平按 GB 6379 的规定测定三次所作的共同试验确定的。试验用试样见附录 A(提示的附录)。各实验室的原始数据(测定值)见附录 B(提示的附录)。原始数据按照 GB 6379 进行统计分析。精密度见表 3。

表 3 精密度

水平范围, % (m/m)	重 复 性 r	再 现 性 R
0.10~6.00	$\lg r = -1.6039 + 0.5058 \lg m$	$\lg R = -1.5231 + 0.4313 \lg m$

如果应用本标准得到的两个独立测定值之间的差值超过表 3 中所列精密度函数式计算出的重复性值或再现性值,则认为这两个测定值是可疑的。

10 试验报告

试验报告应当包括下列内容:

- 1) 鉴别试样、实验室和分析日期的资料;
- 2) 遵守本标准的程度;
- 3) 分析结果及其表示;

GB/T 223.60—1997

- 4) 测定中观察到的异常现象；
- 5) 对分析结果可能有影响而本标准中未包括的操作、或者任选的操作。

GB/T 223.60—1997

附录 A

(提示的附录)

高氯酸脱水重量法精密度试验用的试样

A1 高氯酸脱水重量法精密度试验用的试样见表 A1。

表 A1

试 样	硅含量(标准值),%(m/m)	试 样	硅含量(标准值),%(m/m)
134070 H 钒钢	0.18	BA 101H Cr 18Ni11Nb	1.06
170-2 38 CrMoAl	0.35	Si-10 硅钢	3.21
261 GH 39	0.56	BH 1602-2 硅钢	5.24
254 锰钢	0.72		

附录 B

(提示的附录)

高氯酸脱水重量法精密度试验原始数据

B1 高氯酸脱水重量法精密度试验原始数据见表 B1。

表 B1

原 始 数 据 水 平 实 验 室	1							原 始 数 据 水 平 实 验 室	1						
	1	2	3	4	5	6	7		1	2	3	4	5	6	7
1	0.179	0.356	0.572	0.724	1.056	3.174	5.263	6	0.174	0.350	0.555	0.723	1.056	3.206	5.226
	0.178	0.349	0.572	0.726	1.054	3.207	5.189		0.175	0.353	0.548	0.726	1.056	3.197	5.244
	0.178	0.367	0.561	0.728	1.052	3.198	5.255		0.178	0.352	0.556	0.728	1.047	3.206	5.254
2	0.174	0.353	0.555	0.724	1.063	3.193	5.232	7	0.180	0.349	0.597	0.737	1.073	3.211	5.179
	0.174	0.353	0.561	0.735	1.069	3.211	5.268		0.182	0.342	0.589	0.720	1.063	3.150	5.235
	0.178	0.356	0.559	0.739	1.079	3.223	5.254		0.166	0.359	0.586	0.740	1.056	3.192	5.263
3	0.176	0.356	0.594	0.734	1.069	3.225	5.244	8	0.171	0.349	0.561	0.723	1.052	3.192	5.235
	0.179	0.359	0.584	0.726	1.072	3.202	5.216		0.172	0.353	0.550	0.714	1.045	3.220	5.226
	0.176	0.354	0.581	0.735	1.063	3.220	5.263		0.171	0.353	0.550	0.729	1.075	3.220	5.235
4	0.175	0.358	0.550	0.726	1.056	3.219	5.223	9	0.176	0.360	0.581	0.720	1.137	3.220	5.197
	0.176	0.348	0.550	0.729	1.066	3.206	5.244		0.173	0.330	0.594	0.732	1.186	3.225	5.282
	0.173	0.347	0.549	0.720	1.059	3.202	5.220		0.167	0.347	0.560	0.704	1.145	3.216	5.244
5	0.172	0.346	0.555	0.720	1.054	3.177	5.160	10	0.174	0.360	0.563	0.740	1.065	3.197	5.234
	0.165	0.352	0.520	0.725	1.049	3.183	5.186		0.174	0.355	0.561	0.732	1.053	3.206	5.206
	0.171	0.354	0.555	0.723	1.042	3.188	5.160		0.179	0.362	0.545	0.732	1.063	3.220	5.234