

中华人民共和国国家标准

GB/T 3654.3—2019
代替 GB/T 3654.3—1983

铌铁 硅含量的测定 重量法

Ferroniobium—Determination of silicon content—Gravimetric method

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 3654 铌铁的分析方法共分为 9 部分：

- GB/T 3654.1 铌铁化学分析方法 纸上色层分离重量法测定铌、钽量；
- GB/T 3654.2 铌铁 铜含量的测定 新亚铜灵 三氯甲烷萃取光度法；
- GB/T 3654.3 铌铁 硅含量的测定 重量法；
- GB/T 3654.4 铌铁化学分析方法 燃烧重量法测定碳量；
- GB/T 3654.5 铌铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量；
- GB/T 3654.6 铌铁 硫含量的测定 燃烧碘量法、次甲基蓝光度法和红外线吸收法；
- GB/T 3654.8 铌铁 钛含量的测定 变色酸光度法；
- GB/T 3654.9 铌铁化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钨量；
- GB/T 3654.10 铌铁化学分析方法 EDTA 容量法测定铝量。

本部分为 GB/T 3654 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 3654.3—1983《铌铁化学分析方法 重量法测定硅量》。本部分与 GB/T 3654.3—1983 相比,主要技术变化如下：

- 增加了警示内容(见正文)；
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 增加了设备和材料(见第 5 章)；
- 增加了取样和制样(见第 6 章)；
- 修改了熔剂比例,4 g 氢氧化钠和 2 g 过氧化钠改为 2 g 氢氧化钠和 4 g 过氧化钠(见 7.4.1, 1983 年版的 3.3.1)；
- 修改了熔融温度,在 720 °C 熔融 10 min~15 min 改为在 700 °C 熔融 15 min~20 min(见 7.4.1, 1983 年版的 3.3.1)；
- 修改了灼烧温度,在 1 000 °C 灼烧 40 min 改为在 1 050 °C 灼烧 40 min(见 7.4.4, 1983 年的 3.3.3)；
- 修改了允许差的内容,进行了实验室间精密度共同试验,用统计得到的重复性限 r 和再现性限 R 代替了“允许差”(见第 9 章,1983 年版的第 5 章)；
- 增加了试验报告的内容(见第 10 章)；
- 增加了规范性附录“试样分析结果接受程序流程图”(见附录 A)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位:武钢集团昆明钢铁股份有限公司、北京首钢股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:陶俊、张卫强、陈涛、高玲、王文锋、王贵玉、章祝雄、金伟、李文生、郑宁、于春波、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3654.3—1983。

铌铁 硅含量的测定 重量法

警示——使用本部分的人员应具有正规实验室工作实践经验。本部分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

GB/T 3654 的本部分规定了采用重量法测定铌铁中的硅含量。

本部分适用于铌铁中硅含量的测定,测定范围(质量分数):1.00%~10.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

试料用氢氧化钠、过氧化钠熔融分解,熔融物以稀硫酸浸取,硫酸冒烟使硅酸脱水,过滤洗涤后,沉淀于1 050 ℃灼烧成二氧化硅,称量,反复灼烧至恒量,用硫酸-氢氟酸使硅成四氟化硅挥发除去,再灼烧至恒量。由氢氟酸处理前后的质量差计算沉淀中硅的含量,用公式计算试料中硅的质量分数。

4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用确认为分析纯的试剂,试验用水为 GB/T 6682 规定的三级及三级以上蒸馏水或纯度与其相当的水。

4.1 氢氧化钠。

4.2 过氧化钠。

4.3 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

4.4 氢氟酸, $\rho=1.15$ g/mL。

4.5 过氧化氢,30%。

4.6 硫酸,1+1。

4.7 硫酸,1+4。

4.8 硫酸洗涤液,2+98。

5 设备和材料

- 5.1 天平,感量 0.1 mg。
- 5.2 镍坩埚(附坩埚盖),容积 30 mL,硅元素的含量小于 0.01%。
- 5.3 铂坩埚,容积 ≥ 20 mL。
- 5.4 高温炉,温度适于控制在 500 °C~1 100 °C,控温精度为 ± 20 °C。

6 取样和制样

按照 GB/T 4010 规定进行取样和制样。试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.50 g 试样,准确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

对同一试样,至少独立测定二次。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 试料分解

将试料(7.1)置于镍坩埚(5.2)中,加入 2 g 氢氧化钠(4.1)、4 g 过氧化钠(4.2),混匀,在电炉上加热烘烤至干结状,盖上坩埚盖,置于高温炉(5.4)中,从室温缓慢加热至约 700 °C,于 700 °C 继续熔融 15 min~20 min,取出冷却。用水洗净坩埚底部,放入盛有 150 mL 硫酸(4.7)并盖以表面皿的 500 mL 烧杯中浸取熔块,洗净坩埚及盖,搅拌至溶液无氢氧化物沉淀。

7.4.2 硅酸一次脱水

将烧杯置于电热板或低温电炉上,低温浓缩至冒硫酸烟,高温加热使硫酸烟在烧杯内回流 15 min~20 min,取下稍冷,缓慢加入 10 mL 盐酸(4.3),冷却,加入 150 mL 热水、5 mL 过氧化氢(4.5),搅匀,加热至近沸,使析出的五氧化二铌水合物及可溶性盐类溶解,如溶液不澄清可补加 1 mL~2 mL 过氧化氢(4.5)使其溶解。用加有少量纸浆的中速定量滤纸过滤,用带橡皮头的玻璃棒擦拭表面皿、玻璃棒及烧杯内壁,用热硫酸洗涤液(4.8)将之洗净,然后洗涤沉淀 7 次~9 次,将沉淀连同滤纸移入铂坩埚(5.3)中保留。

7.4.3 硅酸二次脱水

向滤液中加入 5 mL 硫酸(4.6),置于电热板上加热至冒硫酸烟 5 min~10 min,取下稍冷,按 7.4.2 的后续步骤进行。

7.4.4 灼烧沉淀

将沉淀连同滤纸盛入铂坩埚(7.4.2、7.4.3)中,在电热板上低温烘干,于 500 °C~600 °C 高温炉(5.4)中灰化,继续升至 1 050 °C 灼烧 40 min。取出,稍冷,置于干燥器中冷却至室温,称量,反复灼烧至恒量。

沿坩埚内壁滴加 4 滴硫酸(4.6)湿润干渣,加入 4 mL~5 mL 氢氟酸(4.4),置于电热板上,加热蒸发至冒硫酸烟,稍冷,再沿坩埚内壁加入 4 mL 氢氟酸(4.4),继续加热蒸发至冒尽硫酸烟。将坩埚置于 1 050 °C 高温炉(5.4)中灼烧 20 min,取出,稍冷,置于干燥器中冷却至室温,称量,反复灼烧至恒量。

8 结果的计算及表示

8.1 结果的计算

按式(1)计算试样中硅的质量分数,用百分数表示(%):

$$w_{\text{Si}} = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4675}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w_{Si} —— 硅的质量分数, %;
- m_1 —— 氢氟酸处理前沉淀和铂坩埚质量,单位为克(g);
- m_2 —— 氢氟酸处理后残渣和铂坩埚质量,单位为克(g);
- m_3 —— 氢氟酸处理前空白试验的沉淀和坩埚质量,单位为克(g);
- m_4 —— 氢氟酸处理后空白试验的沉淀和坩埚质量,单位为克(g);
- m —— 试料的质量,单位为克(g);
- 0.4675 —— 二氧化硅换算为硅的换算系数。

8.2 结果的表示

采用试料平行测定结果的算术平均值为试样的硅量。同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ,则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ,则按照附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

数值修约按 GB/T 8170 的规定执行,所得结果保留至小数点后两位。

9 精密度

本部分的精密度数据是在 2017 年由 8 个实验室,对 4 个不同水平的硅含量进行共同试验确定的,每个实验室对每个水平的硅含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据(参见附录 B),按 GB/T 6379.2 进行统计分析,确定的重复性限 r 和再现性限 R 见表 1。

表 1 精密度

测定范围(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
1.00~2.50	0.10	0.15
>2.50~5.00	0.15	0.20
>5.00~10.00	0.25	0.30

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限 r ,大于重复性限 r 的情况

以不超过 5% 为前提。

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,大于再现性限 R 的情况以不超过 5% 为前提。

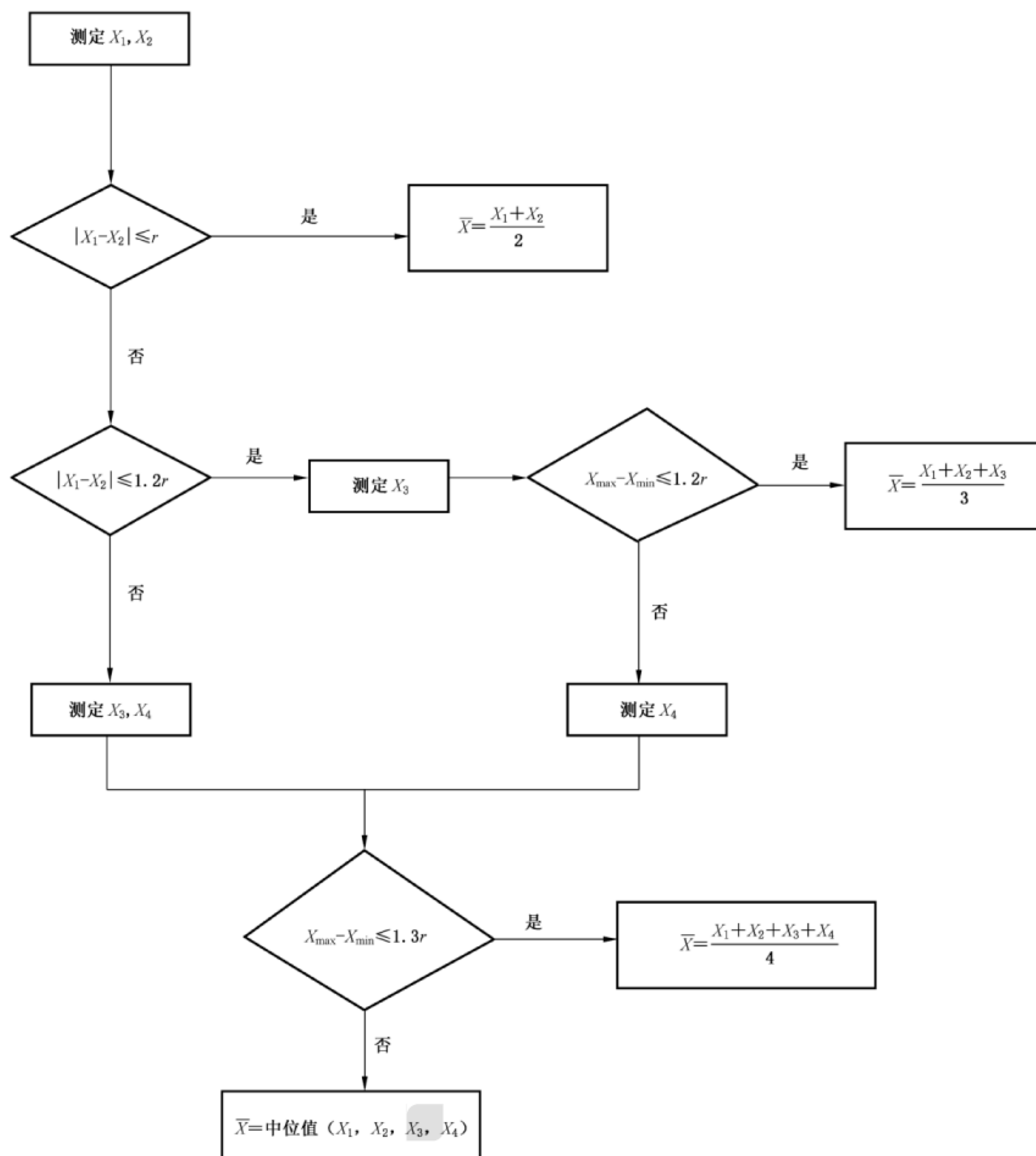
10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料;
- b) 引用标准的编号;
- c) 结果与其表示;
- d) 测定中发现的异常现象;
- e) 在测定过程中注意到的任何特性和本部分中没有规定的可能对试样和有证标准物质的结果产生影响的任何操作。

附 录 A
(规范性附录)
试样分析结果接受程序流程图

图 A.1 为试样分析结果接受程序流程图。



注： r 为重复性限。

图 A.1 试样分析结果接受程序流程图

附 录 B
(资料性附录)
精密度试验数据

精密度试验数据见表 B.1。

表 B.1 精密度试验数据

实验室编号	硅含量(质量分数)/%			
	Si-1	Si-2	Si-3	Si-4
A	1.01	1.57	1.81	3.42
	1.03	1.54	1.73	3.41
	1.05	1.52	1.77	3.43
B	0.92	1.55	1.70	3.27
	0.94	1.45	1.67	3.29
	0.94	1.44	1.66	3.42
C	0.99	1.53	1.80	3.37
	1.00	1.56	1.72	3.41
	1.03	1.59	1.78	3.46
D	1.03	1.59	1.80	3.52
	1.01	1.56	1.79	3.46
	1.02	1.58	1.82	3.51
E	1.06	1.60	1.80	3.50
	1.04	1.60	1.81	3.53
	1.03	1.61	1.82	3.52
F	1.01	1.44	1.88	3.50
	0.953	1.66	1.87	3.43
	1.02	1.27	1.73	3.45
G	0.983	1.53	1.77	3.39
	0.982	1.54	1.78	3.39
	0.991	1.54	1.77	3.45
H	0.980	1.52	1.79	3.40
	0.987	1.57	1.80	3.53
	0.993	1.60	1.73	3.47