



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
中国国家标准化管理委员会 发布

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。