



中华人民共和国国家标准

GB/T 4702.2—2008
代替 GB/T 4702.2—1984

金属铬 硅含量的测定 高氯酸重量法

Chromium metal —Determination of silicon content—
The perchloric acid gravimetric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本部分代替 GB/T 4702.2—1984《金属铬化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量》。

本部分与 GB/T 4702.2—1984 比较,主要不同如下:

——标准中增加了警告用语;

——增加了“规范性引用文件”和“试验报告”部分。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:五矿(湖南)铁合金有限责任公司。

本部分主要起草人:黄燕、邓志红、李龙龙、王艳容。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

GB/T 4702.2—1984。

金属铬 硅含量的测定

高氯酸重量法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

本部分规定了高氯酸重量法测定金属铬中硅含量。

本部分适用于金属铬中硅含量的测定。测定范围(质量分数):0.10%~0.50%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 高氯酸重量法

3.1 原理

试样用盐酸分解,经高氯酸冒烟处理,使硅生成不溶性硅酸。过滤灼烧后,称量。用氢氟酸进行处理,使二氧化硅挥发后,灼烧称量,由两次称量之差计算硅含量。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

3.2.2 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。

3.2.3 过氧化氢, ρ 1.10 g/mL。

3.2.4 硫酸,1+3。

3.2.5 盐酸,1+5。

3.2.6 盐酸,1+10。

3.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

3.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

3.5 分析步骤

3.5.1 试样量

称取 3.000 g 试料,准确至 0.000 1 g。

3.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.3 测定

3.5.3.1 将试料(3.5.1)置于 300 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 60 mL 盐酸(3.2.5)加热分解。加入 40 mL 高氯酸(3.2.1)加热至冒烟,持续加热 15 min~20 min。放置冷却,加入约 150 mL 温水使可溶性盐类溶解,缓慢滴加 25 mL~30 mL 过氧化氢(3.2.3)使铬还原。煮沸约 1 min,立即用慢速定量滤纸进行过滤,沾附于烧杯壁上的残留物用擦棒擦洗移于滤纸上,先用温盐酸(3.2.6)洗涤 4 次~5 次,再用