



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16477.4—1996

---

## 稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 硅量测定

Methods for chemical analysis of  
rare earth ferrosilicon alloy and rare earth ferrosilicon  
magnesium alloy—Determination of silica content

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 硅量测定

GB/T 16477.4—1996

Methods for chemical analysis of  
rare earth ferrosilicon alloy and rare earth ferrosilicon  
magnesium alloy—Determination of silica content

代替 YB 2503—77

### 第一篇 方法 1 氟硅酸钾沉淀酸碱滴定法测定硅量

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了稀土硅铁合金中硅含量的测定方法。

本标准适用于稀土硅铁合金中硅含量的测定。测定范围：20%~50%。

#### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

#### 3 方法原理

试样以硝酸、氢氟酸溶解，使硅转化为氟硅酸，加入饱和硝酸钾溶液生成氟硅酸钾沉淀，加沸水使氟硅酸钾水解释放出氢氟酸，用氢氧化钠标准溶液滴定。

#### 4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

4.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。

4.3 过氧化氢(30%)。

4.4 酒石酸-尿素混合溶液：称取 20 g 酒石酸溶于 100 mL 水中，加 10 g 尿素，混匀。

4.5 硝酸钾饱和溶液：配制后放置至饱和，或加热后放置至室温析出硝酸钾，以保证达到饱和。

4.6 硝酸钾乙醇洗液(100 g/L)：取硝酸钾溶液(100 g/L)与乙醇溶液(10+90)按 1:1 混匀。

4.7 中性水：将蒸馏水或离子交换水煮沸 15 min，以溴麝香草酚蓝为指示剂，滴加氢氧化钠溶液中和至蓝色。

4.8 溴麝香草酚蓝指示剂(10 g/L)：称取 1 g 溴麝香草酚蓝，溶于 60 mL 乙醇中，以水稀释至 100 mL，混匀。

4.9 氢氧化钠标准贮存溶液：称取 160 g 氢氧化钠于耐热烧杯中，加 80 mL 煮沸过的二次水，快速搅拌，冷至室温后稀释至 1 L，数日后，待溶液澄清虹吸或用玻璃棉过滤，此溶液的浓度为 4 mol/L。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施