



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16477.4—2010  
代替 GB/T 16477.4—1996

---

## 稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 第4部分：硅量的测定

Chemical analysis methods of rare earth ferrosilicon alloy and  
rare earth ferrosilicon magnesium alloy—  
Part 4: Determination of silicon content

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 16477《稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定；
- 第 2 部分：钙、镁、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分：氧化镁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：硅量的测定；
- 第 5 部分：钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分是对 GB/T 16477.4—1996《稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法 硅量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 16477.4—1996 相比，主要有如下变动：

- 方法 1 由两次高氯酸脱水调整为一次高氯酸脱水加分光光度法测定滤液残余硅量；
- 方法 2 采用以碱中和游离酸代替抽滤洗去游离酸；
- 方法 2 中的指示剂由溴麝香草酚蓝改为酚酞；
- 方法 2 中对测定温度给出了明确的规定；
- 测定范围由 30.00%~50.00%调整为 20.00%~50.00%；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分方法 1 为仲裁方法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由赣州有色冶金研究所起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院、中国兵器工业集团第五二研究所参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：杨峰、潘建忠、刘柏禄。

本部分方法 1 参与起草人：李建亭、郝茜、田小亭、段东升。

本部分方法 2 由赣州有色冶金研究所起草。

本部分方法 2 由包头稀土研究院、中国兵器工业集团第五二研究所参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：赖剑、钟道国、王林生。

本部分方法 2 参与起草人：王东杰、王素梅、王玥、田甜、董海成。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16477.4—1996。

# 稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 第4部分：硅量的测定

## 方法1 重量法

### 1 范围

GB/T 16477的本部分方法1规定了稀土硅铁合金及镁硅铁合金中硅量的测定方法。

本部分方法1适用于稀土硅铁合金及镁硅铁合金中硅量的测定。测定范围：20.00%~50.00%。

### 2 原理

试样以氢氧化钠-过氧化钠熔融，使硅转化为硅酸盐，经高氯酸脱水，于高温下灼烧为二氧化硅，用氢氟酸除硅，重量法测定沉淀中硅的含量，用硅钼蓝分光光度法测定滤液中残留的硅含量，两者含量即为硅的最终含量。

### 3 试剂

3.1 氢氧化钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.4 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

3.5 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。

3.6 盐酸溶液(1+9)。

3.7 对硝基酚乙醇溶液(1g/L)。

3.8 氨水溶液(1+1)。

3.9 硫酸溶液(1+35)。

3.10 钼酸铵溶液(50 g/L)。

3.11 草酸-硫酸混合溶液：2 g 草酸溶于100 mL 硫酸(1+2)中。

3.12 抗坏血酸溶液(100 g/L,用时现配)。

3.13 硫氰酸钾溶液(100 g/L)。

3.14 硝酸银溶液(10 g/L)。

3.15 硅标准贮存溶液：准确称取0.1071 g 预先于950℃灼烧30 min并在干燥器中冷却至室温的二氧化硅[ $w(\text{SiO}_2) \geq 99.9\%$ ]于铂坩埚中，加入6 g 基准无水碳酸钠，于950℃~1000℃马弗炉中熔融至樱红并保持5 min，取出稍冷。在300 mL 聚乙烯烧杯中用热水浸取，用水洗净铂坩埚，冷却后移入于500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即转入塑料瓶中保存，此溶液1 mL 含100  $\mu\text{g}$  硅。

3.16 硅标准溶液：准确移取50.00 mL 硅标准贮存溶液(3.15)于500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，立即转入塑料瓶中保存，此溶液1 mL 含10  $\mu\text{g}$  硅。