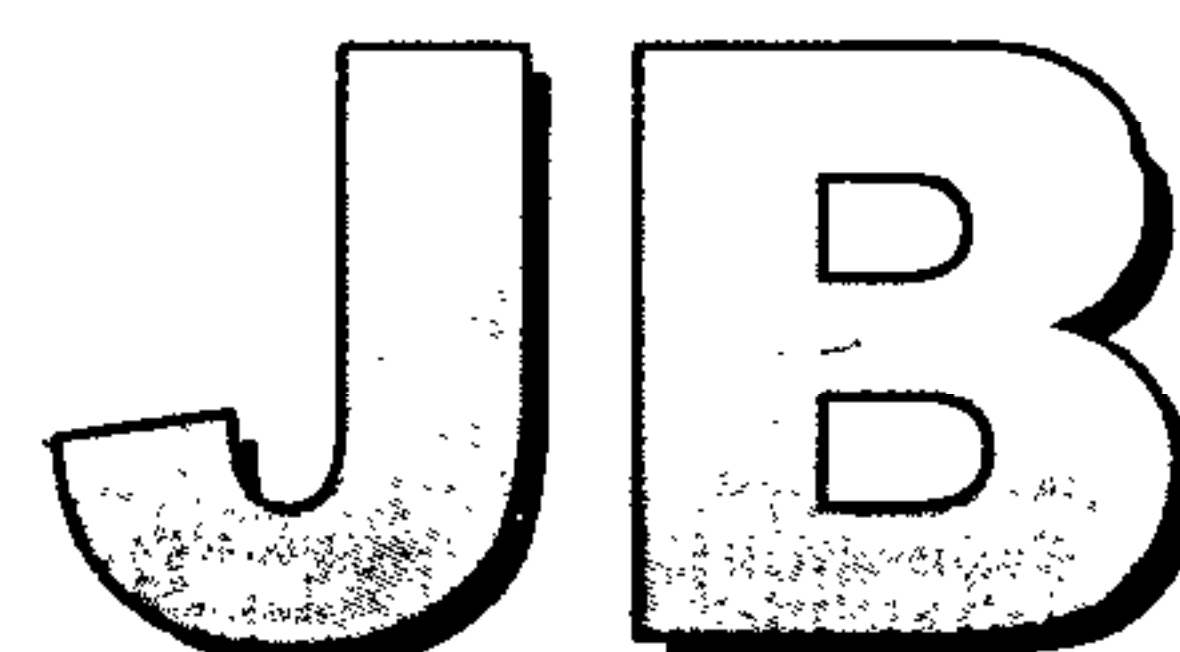


ICS 29.120.20

K 14

备案号: 23244—2008



中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6326.3—2008

代替 JB/T 6326.3—1992

JB/T 6326.4—1992

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 第3部分: 硅的测定

Test methods for chemical analysis of Ni-Cr and Ni-Cr-Fe alloy
—Part 3: Determination of silicon content



2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 方法提要 1

3 试剂 1

4 分析程序 2

4.1 试料质量 2

4.2 空白试验 2

4.3 测定 2

4.4 工作曲线的绘制 2

5 分析结果计算 2

6 精密度 2

表 1 分析结果的绝对差值 3

前 言

JB/T 6326《镍铬及镍铬铁化学分析方法》拟分为九个部分：

- 第1部分：镍的测定；
- 第2部分：铬的测定；
- 第3部分：硅的测定；
- 第4部分：铁的测定；
- 第5部分：锰的测定；
- 第6部分：铝的测定；
- 第7部分：碳的测定；
- 第8部分：硫的测定；
- 第9部分：磷的测定。

本部分是JB/T 6326的第3部分。

本部分代替JB/T 6326.3—1992《镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量》和JB/T 6326.4—1992《镍铬及镍铬铁化学分析方法 硅钼蓝光度法测定硅量》。

本部分与JB/T 6326.3—1992和JB/T 6326.4—1992相比，主要变化如下：

- 将镍铬及镍铬铁含硅量的测定方法统一为硅钼蓝光度法。

本部分由中国机械工业联合会提出。

本部分由全国电工合金标准化技术委员会（SAC/TC 228）归口。

本部分起草单位：上海电科电工材料有限公司、江苏新华合金电器有限公司。

本部分起草人：黄留庆、翁桅、华大风。

本部分所代替标准的历次版本发布情况：

- JB/T 6326.3—1992；
- JB/T 6326.4—1992。

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法

第3部分：硅的测定

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的安全和健康措施，并保证符合国家有关法律规定的条件。

1 范围

JB/T 6326 的本部分规定了用硅钼蓝光度法测定镍铬及镍铬铁合金硅含量的试剂、分析程序、分析结果计算和精密度等内容。

本部分适用于镍铬、镍铬铁合金中硅含量的测定。测定范围：0.10%~2.00%。

2 方法提要

试样用混合酸溶解，使硅转化成可溶性正硅酸，在适宜的酸度下硅酸与钼酸按生成硅钼杂多酸，然后提高酸度，并在草酸存在下，用硫酸亚铁铵还原成硅钼蓝，测量其吸光度。为了防止硅酸的聚合，在溶解样本时加入氢氟酸。本方法对共存元素无干扰。

3 试剂

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去离子水或相当纯度的水。

3.1 无水碳酸钠。

3.2 氢氟酸（密度为 1.15g/mL）。

3.3 硝酸（1+2）。

3.4 盐酸-硝酸混合酸：盐酸+硝酸+水（1+1+1）。

3.5 硫酸（1+1）。

3.6 硫酸（1+3）。

3.7 尿素溶液（100g/1000mL）：称取 100g 尿素溶解于 1000mL 水中。

3.8 硼酸饱和溶液（60g/1000mL）：称取 60g 硼酸溶解于 1000mL 热水中，冷却至室温。

3.9 钼酸铵溶液（50g/1000mL）：称取 50g 钼酸铵溶解于 1000mL 热水中，冷却至室温。

3.10 草酸铵溶液（30g/1000mL）：称取 30g 草酸铵溶解于 1000mL 稀硫酸（见 3.6）中。

3.11 硫酸亚铁铵溶液（60g/1000mL）：称取 12g 硫酸亚铁铵，溶解于约 200mL 水中，每 100mL 溶液加入六滴硫酸（见 3.5）。

3.12 镍标准溶液（1mg/1mL）：称取 0.1000g 纯度大于 99.95% 的金属镍，溶于 12mL 硝酸（见 3.3），加入 10mL 尿素溶液（见 3.7），冷却移入 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.13 硅标准溶液的配制按以下方法进行：

3.13.1 取纯度为 99.99% 的二氧化硅于铂坩埚中，在 1000℃ 下灼烧 20min，移至干燥器中冷却。称取 0.2143g 置于铂坩埚中，加 5g 无水碳酸钠（见 3.1）于 950℃ 下融熔 30min，冷却，将坩埚置于聚四氟乙烯塑料烧杯中，加水浸出熔块。将溶液移入 500mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，立刻将溶液转移到干燥塑料瓶中存放，此溶液 1mL 含 0.20mg 硅。

3.13.2 移取 50.00mL 硅标准溶液（见 3.13.1），置于 200mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立刻将溶液转移到干燥塑料瓶中存放。此溶液 1mL 含 50μg 硅。

3.13.3 移取 20.00mL 硅标准溶液（见 3.13.1），置于 200mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立刻

将溶液转移到干燥塑料瓶中存放。此溶液 1mL 含 20μg 硅。

4 分析程序

4.1 试料质量

称取约 0.1g 试料，精确到 0.1mg。

4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试料置于 100mL 塑料烧杯中，加入 10mL 盐酸-硝酸混合酸（见 3.4）水浴加热至试料完全溶解，冷却到 60℃ 以下加入 10 滴氢氟酸（见 3.2），混匀，放置 3min，加入 10mL 尿素溶液（见 3.7），再加入 20mL 硼酸饱和溶液（见 3.8）。冷却至室温，将溶液移入 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，立刻将溶液倒至干燥塑料烧杯中。

4.3.2 移取 10.00mL 试料溶液两份，分别置于 100mL 容量瓶中，一份作为显色溶液，另一份作为参比溶液。

4.3.3 显色溶液：

加入 5mL 钼酸铵溶液（见 3.9），在沸水浴中加热 30s，用流水冷却，加入 20mL 草酸铵溶液（见 3.10），立即加入 10mL 硫酸亚铁铵溶液（见 3.11），以水稀释至刻度，混匀。

4.3.4 参比溶液：

提取 20mL 草酸铵溶液（见 3.10）、10mL 硫酸亚铁铵溶液（见 3.11），再加入 5mL 钼酸铵溶液（见 3.9），以水稀释至刻度，混匀。

4.3.5 将部分溶液移入 1cm 或 2cm 比色皿中，以参比溶液为参比，于分光光度计波长 665nm 处测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的硅的质量。

4.4 工作曲线的绘制

移取 10mL 镍标准溶液（见 3.12）六份，分别置于六个 100mL 容量瓶中，依次加入（0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00）mL 硅标准溶液（见 3.13.2 或 3.13.3），按 4.3.3~4.3.5 的规定，以不加硅标准溶液的显色溶液为参比溶液，于分光光度计波长 665nm 处测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度，绘制工作曲线。

5 分析结果计算

按式（1）计算硅的质量分数（%）：

$$\text{Si} = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100 \cdots \cdots (1)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的硅的质量，单位为 g；

V ——试液总体积，单位为 mL；

V_1 ——分取试液体积，单位为 mL；

m ——试料质量，单位为 g。

计算结果表示到小数点后两位。

6 精密度

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试，结果的绝对差值不大于表 1 所列的值，以大于表 1 所列值不超过 5% 为前提。

表 1 分析结果的绝对差值

(%)

硅的质量分数范围	绝 对 差 值
0.10~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05
≥1.00~2.00	0.08

中 华 人 民 共 和 国
机械行业标准
镍铬及镍铬铁合金化学分析方法
第3部分：硅的测定
JB/T 6326.3—2008

*

机械工业出版社出版发行
北京市百万庄大街22号
邮政编码：100037

*

210mm×297mm·0.5印张·11千字
2008年9月第1版第1次印刷

*

书号：15111·9143
网址：<http://www.cmpbook.com>
编辑部电话：(010) 88379778
直销中心电话：(010) 88379693
封面无防伪标均为盗版

版权专有 侵权必究