



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.5—1997

钢铁及合金化学分析方法 还原型硅钼酸盐光度法测定 酸溶硅含量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The reduced molybdosilicate spectrophotometric method for
the determination of acid-soluble silicon content

1997-03-17 发布

1997-09-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准是根据中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定和 GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法编写规定,对 GB 223.5—88 钢铁及合金化学分析方法 草酸-硫酸亚铁铵硅钼蓝光度法测定酸溶硅量进行修订。

根据 GB/T 1.1—1993 第4章的 4.2.3、4.3.3 以及 GB 1.4—88 第6章的 6.10 的规定,这次修订中,增加了“前言”,第一章“范围”、第2章“引用标准”、第5章“仪器与设备”、第6章“取制样”和第10章“试验报告”。

本标准的附录 A 和附录 B 都是提示的附录。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 223.5—88。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院、西宁钢厂起草。

本标准主要起草人:王玉兴、崔秋红。

本标准 1981 年以 GB 223.5(二)—81 首次发布,1988 年以 GB 223.5—88 进行了修订并确定了方法精密度。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 还原型硅钼酸盐光度法测定 酸溶硅含量

GB/T 223.5—1997

代替 GB 223.5—88

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The reduced molybdosilicate spectrophotometric method for
the determination of acid-soluble silicon content

1 范围

本标准规定用还原型硅钼酸盐光度法测定酸溶硅含量。

本标准适用于铁、碳钢、低合金钢中 $0.030\%(m/m) \sim 1.00\%(m/m)$ 酸溶硅含量的测定。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 222—84 钢的化学分析用试样 取样法及成品化学成分允许偏差

GB 6379—86 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法提要

试料用稀硫酸溶解。在微酸性溶液中,硅酸与钼酸铵生成氧化型的硅钼酸盐(黄),在草酸存在下,用硫酸亚铁铵将其还原成硅钼蓝,于波长约 810 nm 处测量其吸光度。

4 试剂和材料

4.1 纯铁 硅的含量小于 $0.002\%(m/m)$ 。

4.2 硫酸(1+17) 以硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)稀释。

4.3 钼酸铵溶液(50 g/L) 贮于聚丙烯瓶中。

4.4 草酸溶液(50 g/L) 将 5 g 二水合草酸($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于少量水中,稀释至 100 mL 并混匀。

4.5 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L)。

称取 6 g 六水合硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,置于 250 mL 烧杯中,用 1 mL 硫酸(1+1)润湿,加约 60 mL 水溶解,用水稀至 100 mL,混匀。

4.6 高锰酸钾溶液(40 g/L)。

4.7 亚硝酸钠溶液(100 g/L)。

4.8 硅标准溶液

4.8.1 称取 0.427 9 g(准确至 0.1 mg)二氧化硅[大于 $99.9\%(m/m)$],用前于 $1\,000^\circ\text{C}$ 灼烧 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温,置于加有 3 g 无水碳酸钠的铂坩埚中,上面再覆盖 1 g~2 g 无水碳酸钠,先将铂坩埚于低温处加热,再置于 950°C 高温处加热熔融至透明,继续加热熔融 3 min,取出,冷却。置于盛

国家技术监督局 1997-03-17 批准

1997-09-01 实施

有冷水的聚丙烯或聚四氟乙烯烧杯中至熔块完全溶解。取出坩埚,仔细洗净,冷却至室温,将溶液移入 1 000 mL 单刻度容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于聚丙烯或聚四氟乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 200 μg 硅。

4.8.2 称取 0.100 0 g (准确至 0.1 mg) 经磨细的单晶硅或多晶硅,置于聚丙烯或聚四氟乙烯烧杯中,加 10 g 氢氧化钠,50 mL 水,轻轻摇动,放入沸水浴中,加热至透明全溶,冷却至室温,移入 500 mL 单刻度容量瓶中。用水稀至刻度,混匀。贮于聚丙烯或聚四氟乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 200 μg 硅。

5 仪器与设备

分析中,除下列规定外,仅用通常的实验室仪器、设备。

5.1 聚丙烯或聚四氟乙烯烧杯 200 mL。

5.2 聚丙烯或聚四氟乙烯瓶 500 mL、1 000 mL。

6 取制样

按照 GB 222 或适当的铁的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取试样 $0.10\text{ g} \pm 0.01\text{ g} \sim 0.40\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$, 准确至 0.1 mg, 控制其含硅量为 100 $\mu\text{g} \sim 1\,000\text{ }\mu\text{g}$ 。

7.2 测定

7.2.1 溶解试料

将试料(7.1)置于 150 mL 锥形瓶中。加入 30 mL 硫酸(4.2),缓慢温热至试料完全溶解,不要煮沸并不断补充蒸发失去的水分,以免溶液体积显著减少。

7.2.2 制备试液

煮沸,滴加高锰酸钾溶液(4.6)至析出二氧化锰水合物沉淀。再煮沸约 1 min,滴加亚硝酸钠溶液(4.7)至试液清亮,继续煮沸 1 min $\sim$ 2 min (如有沉淀或不溶残渣,趁热用中速滤纸过滤,用热水洗涤)。冷却至室温,将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.2.3 显色

移取 10.00 mL 试液(7.2.2)二份,分别置于 50 mL 容量瓶中(一份作显色溶液用,一份作参比溶液用),按下法处理:

显色溶液:小心加入 5.0 mL 钼酸铵溶液(4.3),混匀。于沸水浴中加热 30 s,加入 10 mL 草酸溶液(4.4),混匀。待沉淀溶解后 30 s 内,加 5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。

参比溶液:加入 10.0 mL 草酸溶液(4.4)、5.0 mL 钼酸铵溶液(4.3)、5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。

注:显色时,如不在沸水浴中加热,也可在室温放置 15 min 后再加草酸溶液(4.4)。

7.2.4 测量吸光度

将部分显色溶液移入 1 cm $\sim$ 3 cm 吸收皿中,以参比溶液为参比,于分光光度计波长 810 nm 处,测量各溶液(7.2.3)的吸光度值。

7.2.5 从工作曲线(7.3)上查出相应的硅量

7.3 绘制工作曲线

称取数份与试料质量相同且已知其硅含量的纯铁(4.1),置于数个 150 mL 锥形瓶中,移取 0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 硅标准溶液(4.8.1 或 4.8.2),分别置于前述数个锥形瓶中,以下按 7.2.1 至 7.2.4 进行。用硅标准溶液中硅量和纯铁中硅量之和为横坐标,测得的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果及其表示

以质量百分数表示的硅含量按下式(1)计算:

$$\text{Si}[\%(m/m)] = \frac{m_1 \cdot V}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——分取试液体积, mL;

V ——试液总体积, mL;

m_1 ——从工作曲线上查得的硅量, g;

m_0 ——试料量, g。

9 精密度

本标准的精密度是在 1987 年由 10 个实验室以 6 个硅的水平, 每个实验室对每个硅的水平按 GB 6379 的规定测定三次所作的共同试验确定的。试验用试样见附录 A(提示的附录)。各实验室的原始数据(测定值)见附录 B(提示的附录)。原始数据按照 GB 6379 进行统计分析。精密度见表 1。

表 1 精密度

水平范围, $\%(m/m)$	重复性, r	再现性, R
0.030~1.00	$\lg r = -1.7051 + 0.5715 \lg m$	$\lg R = -1.4664 + 0.4727 \lg m$

如果应用本标准得到的两个独立测定值之间的差值超过表 1 中所列精密度函数式计算出的重复性值或再现性值, 则认为这两个测定值是可疑的。

10 试验报告

试验报告应当包括下列内容:

- 1) 鉴别试样、实验室和分析日期的资料;
- 2) 遵守本标准的程度;
- 3) 分析结果及其表示;
- 4) 测定中观察到的异常现象;
- 5) 对分析结果可能有影响而本标准中未包括的操作、或者任选的操作。

附 录 A

(提示的附录)

表 A1 还原硅钼酸盐光度法测定酸溶硅精密度试验用的试样

试 样	硅含量(标准值),%(<i>m/m</i>)	试 样	硅含量(标准值),%(<i>m/m</i>)
第 178-7 纯铁	0.037	445 碳钢	0.33
267-1 碳钢	0.062	BH0702-1 SiMnV	0.64
407 碳钢	0.10	第 258 号 铬锰硅镍钼钢	0.96

附 录 B

(提示的附录)

表 B1 还原型硅钼酸盐光度法测定酸溶硅精密度试验原始数据

原始数据 实验室	水平	1	2	3	4	5	6
1		0.037 5	0.059 0	0.107	0.333	0.644	0.953
		0.038 2	0.058 5	0.107	0.335	0.640	0.955
		0.036 5	0.057 0	0.106	0.331	0.638	0.956
2		0.037 4	0.059 2	0.109	0.330	0.639	0.964
		0.041 7	0.062 1	0.112	0.323	0.639	0.946
		0.038 8	0.060 6	0.113	0.330	0.630	0.956
3		0.035 0	0.058 0	0.108	0.330	0.635	0.963
		0.037 0	0.058 0	0.102	0.328	0.640	0.954
		0.034 0	0.057 0	0.102	0.322	0.638	0.966
4		0.037 4	0.0553	0.112	0.344	0.648	0.958
		0.037 1	0.054 4	0.110	0.338	0.651	0.976
		0.036 7	0.057 6	0.106	0.334	0.648	0.969
5		0.036 5	0.057 0	0.120	0.320	0.625	0.955
		0.036 0	0.055 5	0.115	0.325	0.635	0.965
		0.035 0	0.057 5	0.115	0.340	0.640	0.950
6		0.041 2	0.061 2	0.110	0.345	0.637	0.965
		0.040 2	0.059 2	0.110	0.344	0.646	0.971
		0.040 2	0.059 8	0.109	0.340	0.644	0.970
7		0.043 0	0.058 0	0.100	0.325	0.630	0.955
		0.042 5	0.057 5	0.100	0.315	0.630	0.980
		0.043 0	0.055 5	0.103	0.320	0.630	0.965
8		0.040 0	0.060 5	0.108	0.342	0.650	0.970
		0.039 5	0.060 0	0.104	0.342	0.650	0.985
		0.040 1	0.060 1	0.104	0.342	0.650	0.980
9		0.034 0	0.055 0	0.113	0.343	0.663	0.992
		0.035 0	0.056 0	0.114	0.353	0.673	0.989
		0.036 0	0.058 0	0.114	0.348	0.683	0.993
10		0.039 6	0.060 1	0.104	0.335	0.635	0.955
		0.040 0	0.058 0	0.102	0.332	0.640	0.965
		0.039 8	0.060 0	0.106	0.330	0.635	0.965

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 及 合 金 化 学 分 析 方 法
还 原 型 硅 钼 酸 盐 光 度 法 测 定
酸 溶 硅 含 量

GB/T 223.5—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 9 千字

1997 年 10 月第一版 1998 年 4 月第三次印刷

印数 1 401—3 400

*

书号: 155066·1-14115 定价 10.00 元

*

标 目 319—030



GB/T 223.5—1997