



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.5—2020
代替 GB/T 20975.5—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 5 部分：硅含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 5: Determination of silicon content

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 个部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 第 8 部分：锌含量的测定；
- 第 9 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 第 14 部分：镍含量的测定；
- 第 15 部分：硼含量的测定；
- 第 16 部分：镁含量的测定；
- 第 17 部分：锆含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：钴含量的测定；
- 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法；
- 第 21 部分：钙含量的测定；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：锑含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 27 部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铋含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铌含量的测定。

本部分为 GB/T 20975 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.5—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 5 部分：硅含量的测定》。与 GB/T 20975.5—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了标准使用安全警示；
- 修改了测定范围，由 0.001 0%~0.40% 修改为 0.001 0%~15%，由 0.30%~25% 修改为 15.00%~25.00% 及 10.00%~50.00%（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第 2 章）；
- 增加了“术语和定义”（见第 3 章）；
- 修改了称样量表（见 4.5.1、5.5.1，2008 年版的 6.1、15.1.1、15.1.3）；
- 修改了精密度（见 4.7 和 5.7，见 2008 年版的第 8 章和第 17 章）；
- 修改了方法二的溶样方法（见 5.5.4.1、5.5.4.2，2008 年版的 15.4.1、15.4.3）；
- 删除了“质量控制与保证”（见 2008 年版的第 9 章和第 18 章）；
- 增加了“试验报告”（见第 6 章）。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：昆明冶金研究院、有色金属技术经济研究院、东北轻合金有限责任公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、内蒙古锦联铝材有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、山东南山铝业股份有限公司、江苏豪然喷射成形合金有限公司。

本部分主要起草人：刘英波、杨赉金、刘维理、席欢、周兵、王悦、袁波、原建昌、王歆凯、张宁、张豪、杨毅、赵德平、王劲榕、李文志、周婷、朱绍严、吴庆春。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.5—1986、GB/T 6987.5—2001；
- GB/T 6987.6—1986、GB/T 6987.6—2001；
- GB/T 20975.5—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第5部分：硅含量的测定

警示——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

GB/T 20975 的本部分规定了钼蓝分光光度法和重量法测定铝及铝合金中硅含量。

本部分适用于铝及铝合金中硅含量的仲裁测定。钼蓝分光光度法测定范围：0.001 0%～15.00%；重量法测定范围：10.00%～63.00%。

注：硅质量分数为>10.00%～15.00%时，采用重量法为仲裁方法。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8005.2 铝及铝合金术语 第2部分：化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

4 钼蓝分光光度法

4.1 方法提要

试料以氢氧化钠和过氧化氢溶解，用硝酸和盐酸酸化，用钼酸盐与硅形成硅钼杂多酸（pH 值约为0.9），用硫酸提高酸度，用1-氨基-2-萘酚-4-磺酸或抗坏血酸还原，将硅钼杂多酸还原为硅钼蓝，于分光光度计波长 650.0 nm～810.0 nm 处测量吸光度，以此测定硅含量。

4.2 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实验室二级水。

4.2.1 过氧化氢（ $\rho=1.10$ g/mL）。

4.2.2 硝酸（约 8 mol/L）：移取 540 mL 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）于盛有约 200 mL 水的烧杯中，摇匀，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.2.3 氢氧化钠（约 8 mol/L）：称取 320 g 氢氧化钠于烧杯中，加入约 400 mL 水，摇匀，冷却，移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.2.4 盐酸（约 4.4 mol/L）：移取 352 mL 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）于盛有约 200 mL 水的烧杯中，摇匀，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.2.5 硝酸(1+1)。

4.2.6 氨水(1+1)。

4.2.7 硫酸(1+2)。

4.2.8 酒石酸溶液(200 g/L)。

4.2.9 还原溶液：

——1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶液(1.5 g/L)：称取 7 g 无水亚硫酸钠、1.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水搅拌至完全溶解；另外称取 90 g 偏二亚硫酸钠于 1 000 mL 烧杯中，加入 600 mL 水微热溶解。将此两种溶液混合，用中速定量滤纸滤于 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移入棕色瓶中。有效期 1 个月。

——抗坏血酸溶液(20 g/L)，用时现配。

4.2.10 钼酸铵溶液(100 g/L)：将 50 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 250 mL 水中，加入 30 mL 氢氧化钠(4.2.3)混匀，冷却。以水稀释至 350 mL，在不断搅拌下滴加氢氧化钠(4.2.3)调节溶液至约 pH 7.2(用酸度计检查)；过滤于 500 mL 容量瓶中，以水洗涤并稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

4.2.11 亚硫酸钠溶液(100 g/L)。

4.2.12 硅标准贮存溶液：优先使用有证标准溶液配制。或称取 0.214 0 g 二氧化硅($w_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$)，置于铂坩埚中，加 1 g 无水碳酸钠，混匀。于 1 000 °C 加热至完全熔融，冷却，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 硅。

4.2.13 硅标准溶液 A：移取 50.00 mL 硅标准贮存溶液(4.2.12)于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.02 mg 硅。

4.2.14 硅标准溶液 B：移取 20.00 mL 硅标准贮存溶液(4.2.12)于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.004 mg 硅。

4.2.15 对硝基苯酚溶液(5 g/L)。

4.3 仪器

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 酸度计。

4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

按表 1 称取相应质量 m_0 的试样(4.4)，精确至 0.000 1 g。

表 1

硅质量分数 $w_{\text{Si}}/\%$	试料质量 m_0/g	酸化用酸体积/mL		样品溶液总体积 V_0/mL	移取样品溶液体积 V_1/mL
		硝酸(4.2.2)	盐酸(4.2.4)		
0.001 0~0.020	1.00	27.5	10	250	50.00
>0.020~0.20	0.25	17	10		50.00
>0.20~0.50	0.25	17	10		25.00

表 1 (续)

硅质量分数 $w_{\text{Si}}/\%$	试料质量 m_0/g	酸化用酸体积/mL		样品溶液总体积 V_0/mL	移取样品溶液体积 V_1/mL
		硝酸(4.2.2)	盐酸(4.2.4)		
$>0.50\sim 2.00$	0.20	17	10	250	5.00
$>2.00\sim 7.00$	0.20	17	10		2.00
$>7.00\sim 15.00$	0.10	17	10		2.00

4.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料(4.5.1)做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将称取的试料(4.5.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯(或银)烧杯中,加 10 mL 氢氧化钠(4.2.3),盖上表皿,缓慢加热(不要煮沸)至试料完全溶解。加入 2 mL 过氧化氢(4.2.1),加热蒸发至糊状,冷却。用约 30 mL 温水冲洗表皿和烧杯壁。缓慢加热(不要煮沸)至盐类溶解。用温水稀释至 70 mL~80 mL,低温加热 15 min~20 min(不要煮沸),冷却。

4.5.4.2 用聚乙烯棒边搅拌边将样品溶液(4.5.4.1)移入预先按表 1 盛有混酸和 50 mL 温水的 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用温水洗涤表皿和烧杯壁[若有氢氧化锰析出黏附在杯壁(或表皿)上,可加入少量盐酸(4.2.4)和数滴亚硫酸钠溶液(4.2.11)使其溶解,用温水洗入烧杯中]。将样品溶液稀释至约 180 mL,加热至近沸,继续加数滴亚硫酸钠溶液(4.2.11)使氢氧化锰完全溶解。缓慢煮沸 10 s~15 s,冷却。移入 250 mL 容量瓶 V_0 中,以水稀释至刻度,混匀。

注:钛或银含量高时,样品溶液浑浊,用慢速定量滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中,用热水洗涤滤纸。

4.5.4.3 当硅质量分数为 0.001 0%~0.020% 时,移取体积(V_1)为 50.00 mL 样品溶液(4.5.4.2)于 100 mL 容量瓶中;当硅质量分数为 $>0.020\%$ ~15.00% 时,按表 1 移取相应体积(V_1)的样品溶液(4.5.4.2)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,加 1 滴对硝基苯酚溶液(4.2.15),用氨水(4.2.6)将溶液调至亮黄色,再用硝酸(4.2.5)调至无色,并过量 2 mL。

4.5.4.4 于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 钼酸铵溶液(4.2.10),摇匀,于 20 °C~30 °C 放置 15 min。加入 5 mL 酒石酸溶液(4.2.8),10 mL 硫酸(4.2.7),5 mL 还原溶液(4.2.9),摇匀。以水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

4.5.4.5 分别将样品溶液(4.5.4.4)和空白试验溶液(4.5.3)移入吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 650.0 nm~810.0 nm 处测量其吸光度(在 30 min 内测定完毕),以样品溶液(4.5.4.4)的吸光度减去空白试验溶液(4.5.3)的吸光度,从工作曲线上查出相应的硅质量 m_1 。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 基底溶液的制备

于 400 mL 塑料烧杯中,加入 40 mL 氢氧化钠(4.2.3),加入 200 mL 水,用 110 mL 硝酸(4.2.2)和 40 mL 盐酸(4.2.4)酸化,冷却。移入 500 mL 聚乙烯容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.5.5.2 标准溶液的制备

根据硅质量分数,工作曲线系列标准溶液的制备分为 2 种:

- a) 硅质量分数为 0.001 0%~0.020% 时:移取 0 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 硅标准溶液 B(4.2.14) 于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 25 mL 基底溶液(4.5.5.1),以水稀释至约 50 mL,以下按 4.5.4.4 进行;
- b) 硅质量分数为 >0.020%~15.00% 时:移取 0 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 硅标准溶液 A(4.2.13) 于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,加一滴对硝基苯酚溶液(4.2.15),用氨水(4.2.6)将溶液调至亮黄色,再用硝酸(4.2.5)调至无色并过量 2 mL。接下来按 4.5.4.4 进行。

4.5.5.3 测量

将部分系列标准溶液(4.5.5.2)移入吸收池中,以试剂空白溶液(不加硅标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 650.0 nm~810.0 nm 处,测量其吸光度(在 30 min 内测定完毕),以硅质量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

硅含量以硅质量分数 w_{Si} 计,按式(1)计算:

$$w_{\text{Si}} = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-3}}{m_0 V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的硅质量,单位为毫克(mg);

V_0 ——样品溶液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——移取样品溶液的体积,单位为毫升(mL)。

硅质量分数 <1.00% 时,计算结果保留两位有效数字;硅质量分数 $\geq 1.00\%$ 时,计算结果表示至小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 r ,超过重复性限 r 的情况不超过 5%。重复性限 r 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_{\text{Si}}/\%$	0.002 7	0.039	0.14	0.40	6.69	11.56
$r/\%$	0.000 4	0.004	0.01	0.02	0.29	0.32

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%。再现性限 R 按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3

$w_{\text{Si}}/\%$	0.002 7	0.039	0.14	0.40	6.69	11.56
$R/\%$	0.000 8	0.006	0.02	0.03	0.54	0.59

5 重量法

5.1 方法提要

试料以氢氧化钠溶解,用高氯酸酸化并脱水。过滤、烘干、灼烧并称量二氧化硅。再用氢氟酸挥发硅,烘干、灼烧,称量残渣。根据两者之差测定硅含量。

5.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂和实验室三级水。

5.2.1 高氯酸($\rho=1.67\text{ g/mL}$)。

5.2.2 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

5.2.3 氢氟酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

5.2.4 盐酸(5+95)。

5.2.5 硫酸(1+1)。

5.2.6 过氧化氢(1+1)。

5.2.7 高氯酸(1+2)。

5.2.8 氢氧化钠溶液(320 g/L):称取 320 g 氢氧化钠溶解于水中,冷却后,移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3 仪器

高温炉。

5.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

按表 4 称取试样(5.4),精确至 0.000 1 g,为试料的质量(m_2)。

表 4

硅的质量分数 $w_{\text{Si}}/\%$	试料质量 m_2/g
>10.00~15.00	0.50
>15.00~25.00	0.25
>25.00~63.00	0.20

5.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 将试料(5.5.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯(或银)烧杯中,加入 30 mL 氢氧化钠溶液(5.2.8)盖上表皿,缓慢加热,待试料完全溶解,滴加 2 mL~4 mL 过氧化氢(5.2.6),用尽量少的水洗涤表皿和杯壁,蒸发至糊状(防止溅出),冷却。

5.5.4.2 加入 100 mL 热水并冲洗杯壁,煮沸至盐类溶解,冷却。将样品溶液移入盛有 5 mL 硝酸(5.2.2)、60 mL 高氯酸(5.2.1)和 30 mL 水的 500 mL 烧杯中,用热水洗涤烧杯和表皿,用总量约 10 mL 高氯酸(5.2.7)分次淋洗黏附于杯壁和表皿上的微粒,再用热水洗涤合并于主液中。将烧杯置于电热板上加热蒸发至有大量高氯酸烟冒出,溶液开始有盐类析出时(约当高氯酸冒烟 15 min~20 min),取下冷却。往烧杯中加水至约 200 mL,继续加热使盐类完全溶解,用玻璃棒仔细搅拌,若有二氧化锰析出,可加数滴过氧化氢(5.2.6)溶解。

5.5.4.3 将样品溶液(5.5.4.2)边搅拌边用中速定量滤纸过滤于 400 mL 烧杯中,用热盐酸(5.2.4)洗涤烧杯及滤纸 5 次~6 次,再以沸水充分洗涤至滤液呈中性($\text{pH} \approx 7$),取下滤纸备用。将收集的滤液和洗涤液加热蒸发至有大量高氯酸烟冒出,继续冒烟 15 min~20 min,冷却。将样品溶液体积稀释至约 200 mL,加热溶解,用另一张中速定量滤纸过滤,用热盐酸(5.2.4)洗涤烧杯及滤纸 5 次~6 次,再以沸水洗涤至滤液呈中性($\text{pH} \approx 7$)。

5.5.4.4 将两张滤纸连同沉淀置于已恒重的铂坩埚中,于 500 °C~600 °C 灰化完全(勿使滤纸燃着)。在高温炉中于 1 000 °C 灼烧 1 h,取出置于干燥器中,冷却至室温,称重 m_3 ,空白试验质量 m_5 。

5.5.4.5 于已干燥的沉淀中,加入 1 mL~2 mL 硫酸(5.2.5)、3 mL~5 mL 氢氟酸(5.2.3),置于电热板上蒸发至干,在高温炉中于 1 000 °C 灼烧至恒重,冷却至室温,称重 m_4 ,空白试验质量 m_6 。

5.6 试验数据处理

硅含量以硅的质量分数 w_{Si} 计,按式(2)计算:

$$w_{\text{Si}} = \frac{[(m_3 - m_4) - (m_5 - m_6)] \times 0.467\ 5}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_3 ——蒸干前铂坩埚和试样中二氧化硅的质量,单位为克(g);

m_4 ——蒸干后铂坩埚和试样中残渣的质量,单位为克(g);

m_5 ——蒸干前铂坩埚和空白试验中二氧化硅的质量,单位为克(g);

m_6 ——蒸干后铂坩埚和空白试验中残渣的质量,单位为克(g);

0.467 5 ——二氧化硅换算为硅的系数;

m_2 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在表 4 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 r ,超过重复性限 r 的情况不超过 5%,重复性限 r 按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

$w_{Si}/\%$	11.57	16.64	25.79	48.70	58.78
$r/\%$	0.38	0.41	0.59	1.00	1.10

5.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表 5 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%,再现性限 R 按表 6 数据采用线性内插法或者外延法求得。

表 6

$w_{Si}/\%$	11.57	16.64	25.79	48.70	58.78
$R/\%$	0.52	0.60	0.68	1.10	1.20

6 试验报告



试验报告应包括下列内容:

- a) 本部分编号、名称及所用的方法;
- b) 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息;
- c) 以适当的形式表达试验结果;
- d) 试验过程中出现的异常现象;
- e) 审核、批准等人员的签名。
