

JB

中华人民共和国机械行业标准

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

1992-06-26 发布

1993-01-01 实施

中华人民共和国机械电子工业部 发布

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬及镍铬铁合金用高氯酸脱水重量法测定硅量的方法。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中硅量的测定。测定范围：0.50%~2.00%。

2 引用标准

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试样经酸溶解用高氯酸蒸发冒烟使硅酸脱水，过滤，灼烧生成二氧化硅，加入硫酸—氢氟酸，使硅生成四氟化硅挥发除去。由氢氟酸处理前后的质量差，计算硅的百分含量。

4 试剂

4.1 盐酸(密度 ρ 1.19 g/ml)。

4.2 硝酸(密度 ρ 1.42 g/ml)。

4.3 高氯酸(密度 ρ 1.67 g/ml)。

4.4 氢氟酸(密度 ρ 1.15 g/ml)。

4.5 硫酸(密度 ρ 1.84 g/ml)。

4.6 盐酸—硝酸混合酸：盐酸(4.1)+硝酸(4.2)+水(1+1+1)。

4.7 硫酸(1+99)。

4.8 硫酸(1+1)。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取试样 1.0000 g

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样置于 250 ml 光洁烧杯中，加入 20~30 ml 盐酸—硝酸混合酸(4.6)，盖上表面皿，低温加热至试样完全溶解，稍冷，加入 25 ml 高氯酸(4.3)，加热蒸发至冒烟，盖上表面皿继续加热使高氯酸白烟回流 25 min，取下稍冷，加 100 ml 热水，搅拌，然后加热使盐类溶解，立即用定量中速滤纸过滤，用带橡皮头的玻璃棒擦净烧杯上附着之硅酸，以硫酸(4.7)洗涤沉淀和滤纸十次，再用热水洗涤三次。

5.3.2 将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中，烘干灰化，在 1000℃ 的高温炉中灼烧 30 min，取出置于干燥器中，冷却至室温，称量，再灼烧直至恒量。

5.3.3 沿坩埚内壁加4~5滴硫酸(4.8)湿润沉淀,加入3 ml 氢氟酸(4.4),低温加热至冒尽硫酸烟,再将铂坩埚置于1000℃高温炉中灼烧至恒量。

6 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量。

$$\text{Si}(\%) = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \times 0.4674}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——氢氟酸处理前铂坩埚与沉淀质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后铂坩埚与残渣质量, g;

m_3 ——随同试样空白的质量, g;

m ——试样量, g;

0.4674——二氧化硅换算为硅的系数。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

表		%
硅 含 量	允 许 差	
0.50~1.00	0.05	
>1.00~2.00	0.08	

附加说明:

本标准由机械电子工业部上海电器科学研究所提出并归口。

本标准由机械电子工业部上海材料研究所起草。

本标准主要起草人朱福珍、范懿。