

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法  
硅钼蓝光度法测定硅量

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硅钼蓝光度法测定硅量的方法。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中硅量的测定。测定范围：0.10%~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铵生成硅钼杂多酸，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。

含硅量较高的镍基合金，为了防止硅酸的聚合，可在溶样时加入氢氟酸，本方法共存元素无干扰。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠

4.2 盐酸(密度  $\rho 1.19$  g/ml)。

4.3 硝酸(密度  $\rho 1.42$  g/ml)。

4.4 氢氟酸(密度  $\rho 1.15$  g/ml)。

4.5 硫酸(密度  $\rho 1.84$  g/ml)。

4.6 硝酸(1+2)。

4.7 盐酸—硝酸混合酸：盐酸(4.2)+硝酸(4.3)+水(1+1+1)。

4.8 硫酸(1+1)。

4.9 硫酸(1+3)。

4.10 尿素溶液(100 g/L)。

4.11 硼酸饱和溶液：60 g 硼酸溶解于 1000 ml 热水中。冷却至室温。

4.12 钼酸铵溶液(50 g/L)。

4.13 草酸铵溶液：称取草酸铵 30 g 溶解于 1000 ml 硫酸(4.9)中。

4.14 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L)：每 100 ml 溶液中加入 6 滴硫酸(4.8)。

4.15 镍溶液：称取 0.10 g 纯镍(纯度大于 99.95%)，溶于 12 ml 硝酸(4.6)中加入 10 ml 尿素溶液(4.10)，冷却移入 100 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.16 硅标准溶液。

4.16.1 取二氧化硅(99.99%)于铂坩埚中，在 1000℃灼烧 20 min，移至干燥器冷却。称取 0.2143 g 置于铂坩埚中，加 5 g 无水碳酸钠(4.1)于 950℃熔融 30 min 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 500 ml 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 1 ml 含 0.20 mg 硅。

4.16.2 移取 50.00 ml 硅标准溶液(4.16.1), 置于 200 ml 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 1 ml 含 50  $\mu\text{g}$  硅。

4.16.3 移取 20.00 ml 硅标准溶液(4.16.1), 置于 200 ml 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 1 ml 含 20  $\mu\text{g}$  硅。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样量

称取试样 0.1000 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 100 ml 塑料烧杯中, 加入 10 ml 盐酸—硝酸混合酸(4.7)水浴加热至试样完全溶解, 冷却到 60℃以下加入 10 滴氢氟酸(4.4), 混匀, 放置 3 min, 加入 10 ml 尿素溶液(4.10), 再加入 20 ml 硼酸饱和溶液(4.11)。冷却至室温, 将溶液移入 100 ml 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。

5.3.2 移取试样溶液 10.00 ml 二份, 分别置于 100 ml 容量瓶中, 一份作显色溶液。一份作参比溶液。

5.3.3 显色溶液: 加入 5 ml 钼酸铵溶液(4.12), 在沸水浴中加热 30 s, 流水冷却, 加入 20 ml 草酸铵溶液(4.13), 立即加入 10 ml 硫酸亚铁铵溶液(4.14)。以水稀释至刻度, 混匀。

5.3.4 参比溶液: 加 20 ml 草酸铵溶液(4.13), 10 ml 硫酸亚铁铵溶液(4.14), 再加入 5 ml 钼酸铵溶液(4.12), 以水稀释至刻度, 混匀。

5.3.5 将部分溶液移入 1 cm 或 2 cm 比色皿中, 以参比溶液为参比, 于分光光度计波长 665 nm 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量。

### 5.4 工作曲线的绘制

移取 10 ml 镍溶液(4.15)6 份, 分别置于 6 个 100 ml 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(4.16.2 或 4.16.3)以下按 5.3.3~5.3.5 条进行, 以不加硅标准溶液的显色溶液为参比溶液, 测量其吸光度, 绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量:

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

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的硅量, g;

$V$ ——试液总体积, ml;

$V_1$ ——分取试液体积, ml;

$m$ ——称样量, g。

## 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	
0.10~0.50	0.03	
>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。