

4.4.4 校准曲线的绘制

4.4.4.1 移取 5 mL 钼标准溶液(4.2.8)和 5 mL 铁标准溶液(4.2.9),以下按 4.4.3.1 进行。移取 10.00 mL 此溶液 7 份,根据试料含量分别加入 0.00 mL、0.10 mL、0.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、10.00 mL 硅标准溶液(4.2.10.2),以下按 4.3.3.2 进行。

4.4.4.2 于分光光度计,适当比色皿,以零浓度硅参比液为参比,波长 700 nm 处测其吸光度,以硅含量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

4.5 结果计算

按式(2)计算试样中硅含量(质量分数),以百分数表示:

$$w(\text{Si}) = \frac{m_1 \times V_0}{m_0 \times V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得的硅含量,单位为(g);
- V_0 ——试液总体积,单位为(mL);
- V_1 ——分取试液体积,单位为(mL);
- m_0 ——试料量,单位为克(g)。

4.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差 %

含硅量(质量分数)	允许差
0.010~0.050	0.008
>0.05~0.10	0.02
>0.10~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05

5 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作,或者任意的操作。



GB/T 5059.5-2014

版权专有 侵权必究
*
书号:155066·1-49689
定价: 14.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 5059.5—2014
代替 GB/T 5059.5—1986

钼铁 硅含量的测定 硫酸脱水重量法和硅钼蓝分光光度法

Ferromolybdenum—Determination of silicon content—Sulphuric acid dehydration gravimetric method and molybdenum blue spectrophotometric method

2014-06-09 发布

2015-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

GB/T 5059.5—2014

砷的干扰,加硫酸亚铁铵将硅钼黄还原为硅钼蓝,在分光光度计波长 700 nm 处,测其吸光度。

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蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.2.1 氢氟酸, $\rho=1.15$ g/mL。

4.2.2 硝酸,2+1。

4.2.3 硼酸饱和溶液。

4.2.4 尿素,100 g/L。

4.2.5 钼酸铵溶液,50 g/L。

4.2.6 硫酸亚铁铵溶液,100 mL 溶液中含有 5 mL 浓硫酸,过滤后使用。

4.2.7 草酸-硫酸混合酸,称取 50 g 草酸,置于 2 000 mL 烧杯中,加 500 mL 水,徐徐加入 200 mL 浓硫酸,溶解后,加入 1 300 mL 水,混匀。冷却至室温。

4.2.8 钼标准溶液,25 mg/mL。称取 12.50 g 钼粉置于 500 mL 烧杯中,加 60 mL 硝酸(2+3),加热溶解后,冷却。移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.2.9 铁标准溶液,10 mg/mL。称取 5.00 g 金属纯铁,加 60 mL 盐酸,加热溶解,加 5 mL 硝酸,煮沸除去氮化物,以水稀释至 500 mL。

4.2.10 硅标准溶液

4.2.10.1 称取 1.069 5 g 预先在 1 050 °C 烘 1 h 并于干燥器中冷却至室温的纯二氧化硅,置于预先盛有 6 g 碳酸钠(不含二氧化硅)的铂坩埚中,搅匀并覆盖少量碳酸钠,于 900 °C 高温炉中熔融 15 min,取出冷却,置于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用热水浸出融块并使其溶解,用水洗净坩埚,冷却,移入 500 mL 塑料容量瓶中,用水稀释刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 硅。

4.2.10.2 移取 10.00 mL 硅标准溶液(4.2.10.1),于 1 000 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,备用。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 硅。

4.3 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

4.4 分析步骤

4.4.1 试料量

称取 0.200 0 g 试料,精确至 0.000 1 g。

4.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.4.3 测定

4.4.3.1 将试料(4.4.1)置于 200 mL 塑料杯中,加 20 mL 硝酸(4.2.2),于沸水浴中加热溶解,溶解 5 min~10 min,试料溶解后,将温度控制在 70 °C~80 °C 时,滴加 10~15 滴氢氟酸(4.2.1),保温 5 min,加 5 mL 尿素溶液(4.2.4),加 40 mL 硼酸饱和溶液(4.2.3),混匀,静置 5 min,取下,冷却至室温,移入 200 mL 塑料容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.4.3.2 移取 10.00 mL 溶液(4.4.3.1)于 100 mL 塑料容量瓶中,加 20 mL 水,5 mL 钼酸铵溶液(4.2.5),混匀,在室温静置 30 min,加入 20 mL 草酸-硫酸混合酸(4.2.7)混匀,立即加入 10 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.2.6),以水稀释至刻度,混匀。

4.4.3.3 于分光光度计,适当比色皿,以随同试料的空白试验为参比,波长 700 nm 处测其吸光度,从校准曲线上查出相应的硅量。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钼铁 硅含量的测定
硫酸脱水重量法和硅钼蓝分光光度法

GB/T 5059.5—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2014 年 8 月第一版 2014 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49689 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

3.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

3.4.3 测定

3.4.3.1 将试料(3.4.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.3)、5 mL 盐酸(3.2.2),盖上表皿,缓慢加热分解,再加入 20 mL 硫酸(3.2.6),继续加热,冒浓硫酸白烟约 15 min,取下。

3.4.3.2 冷却后,加入 50 mL 盐酸(3.2.4),加热溶解可溶性盐类,立即以致密性滤纸过滤,用擦棒将附在烧杯壁上的沉淀移于滤纸上,以温盐酸(3.2.5)洗涤沉淀及滤纸至无铁离子反应,再以温水洗至无酸性。弃去滤液。

3.4.3.3 将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中,缓慢加热至滤纸灰化,然后置于 1 100 °C 的高温炉中灼烧 30 min,取出稍冷,置于干燥器中,冷至室温后称量,反复灼烧至恒量。

3.4.3.4 向坩埚(3.4.3.3)中,滴加 2~3 滴硫酸(3.2.6),湿润残渣,加入 5 mL 氢氟酸(3.2.1),小心加热冒尽硫酸白烟,置于 1 100 °C 的高温炉中灼烧 15 min,取出稍冷,置于干燥器中冷却至室温后,称量,反复灼烧至恒量。

3.5 结果计算

按式(1)计算试样中硅含量(质量分数),以百分数表示:

$$w(\text{Si}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m_0} \times 0.4674 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 —— 氢氟酸处理前铂坩埚与沉淀的质量,单位为克(g);
- m_2 —— 氢氟酸处理后铂坩埚与残渣的质量,单位为克(g);
- m_3 —— 氢氟酸处理前随同试料的空白与铂坩埚质量,单位为克(g);
- m_4 —— 氢氟酸处理后随同试料的空白与铂坩埚质量,单位为克(g);
- m_0 —— 试料量,单位为克(g);
- 0.4674 —— 二氧化硅换算为硅的系数。

3.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差 %

硅含量(质量分数)	允许差
0.50~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.08
>2.00~2.50	0.10

4 方法二 硅钼蓝分光光度法

4.1 原理

试样以硝酸溶解,在适当酸度下,加钼酸铵与硅酸生成硅钼黄络合物,加草酸-硫酸混合酸消除磷、

前 言

GB/T 5059《钼铁》分为如下部分:

- 第 1 部分:钼铁 钼含量的测定 钼酸铅重量法、偏钒酸铵滴定法和 8-羟基喹啉重量法;
- 第 2 部分:钼铁 锑含量的测定 孔雀绿分光光度法;
- 第 3 部分:钼铁 铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:钼铁 硅含量的测定 硫酸脱水重量法和硅钼蓝分光光度法;
- 第 6 部分:钼铁 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法;
- 第 7 部分:钼铁 碳含量的测定 红外线吸收法;
- 第 9 部分:钼铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧碘量法。

本部分为 GB/T 5059 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 5059.5—1986《钼铁化学分析方法 重量法测定硅量》。本部分与 GB/T 5059.5—1986 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 本部分增加了方法二:硅钼蓝分光光度法。
- 本部分对方法一进行了修订,增加了第 2 章和第 9 章的内容。
- 方法一的测定范围由原标准的“小于 2.50%”修改为“0.50%~2.50%”。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司、辽宁沈宏集团股份有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司。

本部分主要起草人:袁萍、张英杰、高玉敏、王萍、安冬青、李海波、田永红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5059.5—1986。