

ICS 77.120.40
H 71

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.3—2009
代替 YS/T 539.3—2006

YS/T 539.3—2009

镍基合金粉化学分析方法 第3部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 3: Determination of silicon content—
Perchloric acid dehydration gravimetric analysis

中华人民共和国有色金属
行业标准
镍基合金粉化学分析方法
第3部分：硅量的测定
高氯酸脱水称量法
YS/T 539.3—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

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 7 千字
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

书号：155066·2-20562 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)68533533



YS/T 539.3—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

4.4.1.2 盐酸和硝酸不能完全溶解的试料

将试料(4.1)置于石墨坩埚内,加入5g过氧化钠(3.1),于喷灯或高温炉内(600℃~700℃)熔融5min~10min,待试料分解后,取下冷却。置于200mL塑料杯中,加20mL热水浸取,洗净坩埚将溶液转入盛有20mL盐酸(3.2)的400mL烧杯中,用水洗净塑料杯,将洗液并入烧杯中。加25mL高氯酸(3.3),加热蒸发至冒烟,继续加热使高氯酸烟回流15min~20min。

4.4.2 烧杯取下稍冷,用5mL盐酸(3.2)润湿盐类,加100mL热水,再加热(勿煮沸)使可溶性盐类溶解,加少量滤纸浆,立即用中速定量滤纸过滤,用带橡皮头的玻璃棒将粘附在杯壁上的沉淀仔细擦下,以热盐酸(3.6)洗净烧杯并洗涤沉淀至无铁离子[用硫氰酸铵溶液(3.8)检查]。再用热水洗涤三次。

4.4.3 将滤液及洗液移入原烧杯中,加热蒸发至冒高氯酸烟,并回流15min~20min,以下按4.4.2进行。

4.4.4 将4.4.2及4.4.3所得沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,烘干、灰化,稍冷,滴加盐酸(3.2)润湿沉淀,加2mL甲醇(3.9),低温赶砷(酸可溶试样,可省去此操作)。继续蒸发沉淀至干涸。于950℃~1000℃高温炉中灼烧30min~40min,取出,稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称量,反复灼烧至恒量。

4.4.5 沿坩埚内壁加4~5滴硫酸(3.7)、5mL氢氟酸(3.5),低温加热至冒尽硫酸烟,再将铂坩埚置于950℃~1000℃高温炉中灼烧20min(含钨钼的试样,于800℃灼烧),取出,稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称量,反复灼烧至恒量。

5 分析结果的计算

硅含量以硅的质量分数 w_{Si} 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

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

式中:

m_1 ——氢氟酸处理前坩埚与沉淀的质量,单位为克(g);

m_2 ——氢氟酸处理后坩埚与沉淀的质量,单位为克(g);

m_3 ——氢氟酸处理前坩埚与空白试验沉淀的质量,单位为克(g);

m_4 ——氢氟酸处理后坩埚与空白试验沉淀的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料质量,单位为克(g);

0.4674——二氧化硅换算为硅的系数。

6 精密度

6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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1数据采用线性内插法求得:

表 1

硅的质量分数/%	0.70	2.57	5.76
重复性限/%	0.041	0.17	0.26

6.2 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。

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为13个部分:

- 第1部分:硼量的测定 酸碱滴定法;
- 第2部分:铝量的测定 铬天青S分光光度法;
- 第3部分:硅量的测定 高氯酸脱水称量法;
- 第4部分:铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法;
- 第5部分:锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法;
- 第6部分:铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法;
- 第7部分:钴量的测定 亚硝基R盐分光光度法;
- 第8部分:铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第9部分:铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法;
- 第10部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法;
- 第11部分:钨量的测定 辛可宁称量法;
- 第12部分:磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第13部分:氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外线吸收法。

本部分为YS/T 539的第3部分。

本部分代替YS/T 539.3—2006《镍基合金粉化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量》。

本部分与YS/T 539.3—2006相比较主要变化如下:

- 增加了前言;
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院、西安锐坚金属有限责任公司。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人:刘冰、杨秋萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8638.3—1988;
- YS/T 539.3—2006。