



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.5—1997

钢铁及合金化学分析方法 还原型硅钼酸盐光度法测定 酸溶硅含量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The reduced molybdosilicate spectrophotometric method for
the determination of acid-soluble silicon content

1997-03-17 发布

1997-09-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准是根据中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定和 GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法编写规定,对 GB 223.5—88 钢铁及合金化学分析方法 草酸-硫酸亚铁铵硅钼蓝光度法测定酸溶硅量进行修订。

根据 GB/T 1.1—1993 第 4 章的 4.2.3、4.3.3 以及 GB 1.4—88 第 6 章的 6.10 的规定,这次修订中,增加了“前言”,第一章“范围”、第 2 章“引用标准”、第 5 章“仪器与设备”、第 6 章“取制样”和第 10 章“试验报告”。

本标准的附录 A 和附录 B 都是提示的附录。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 223.5—88。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院、西宁钢厂起草。

本标准主要起草人:王玉兴、崔秋红。

本标准 1981 年以 GB 223.5(二)—81 首次发布,1988 年以 GB 223.5—88 进行了修订并确定了方法精密度。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 还原型硅钼酸盐光度法测定 酸溶硅含量

GB/T 223.5—1997

代替 GB 223.5—88

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The reduced molybdosilicate spectrophotometric method for
the determination of acid-soluble silicon content

1 范围

本标准规定用还原型硅钼酸盐光度法测定酸溶硅含量。

本标准适用于铁、碳钢、低合金钢中 0.030% (m/m) ~ 1.00% (m/m) 酸溶硅含量的测定。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 222—84 钢的化学分析用试样 取样法及成品化学成分允许偏差

GB 6379—86 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法提要

试料用稀硫酸溶解。在微酸性溶液中,硅酸与钼酸铵生成氧化型的硅钼酸盐(黄),在草酸存在下,用硫酸亚铁铵将其还原成硅钼蓝,于波长约 810 nm 处测量其吸光度。

4 试剂和材料

4.1 纯铁 硅的含量小于 0.002% (m/m)。

4.2 硫酸(1+17) 以硫酸(ρ 1.84 g/mL)稀释。

4.3 钼酸铵溶液(50 g/L) 贮于聚丙烯瓶中。

4.4 草酸溶液(50 g/L) 将 5 g 二水合草酸($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$)溶于少量水中,稀释至 100 mL 并混匀。

4.5 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L)。

称取 6 g 六水合硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$,置于 250 mL 烧杯中,用 1 mL 硫酸(1+1)润湿,加约 60 mL 水溶解,用水稀至 100 mL,混匀。

4.6 高锰酸钾溶液(40 g/L)。

4.7 亚硝酸钠溶液(100 g/L)。

4.8 硅标准溶液

4.8.1 称取 0.427 9 g(准确至 0.1 mg)二氧化硅[大于 99.9% (m/m)],用前于 1 000℃灼烧 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温,置于加有 3 g 无水碳酸钠的铂坩埚中,上面再覆盖 1 g ~ 2 g 无水碳酸钠,先将铂坩埚于低温处加热,再置于 950℃高温处加热熔融至透明,继续加热熔融 3 min,取出,冷却。置于盛