

中华人民共和国国家标准

镍基合金粉化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量

UDC 669.245-492.2
:543.062

GB 8638.3—88

Nickel base alloy powder—Determination of silicon content
—Gravimetric method after dehydration by perchloric acid

本标准适用于镍基合金粉末中硅量的测定。测定范围:0.10%~6.00%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样经碱熔酸化(或酸溶解)后,用高氯酸冒烟使硅酸脱水,过滤洗净后,灼烧成二氧化硅,用硫酸氢氟酸处理,使硅生成四氟化硅挥发除去,由除硅前后的质量差计算硅的百分含量。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 2.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 2.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 2.5 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 2.6 盐酸(5+95)。
- 2.7 硫酸(1+1)。
- 2.8 硫氰酸铵溶液(5%)。
- 2.9 甲醇。

3 仪器

马弗炉。

4 分析步骤

4.1 测定次数

平行测定两次,取其平均值。

4.2 试样量

称取 0.500 0~1.000 g 试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.2)置于石墨坩埚内,加入 5 g 过氧化钠(2.1),于喷灯或马弗炉内(600~700℃)熔融,待试样分解后,取下冷却。置于 200 mL 塑料杯中,加 20 mL 热水浸取,洗净坩埚将溶液转入盛有

20 mL 盐酸(2.2)的 400 mL 烧杯中,用水洗净塑料杯,将洗液并入烧杯中。加 20~30 mL 高氯酸(2.3),加热蒸发至冒烟,盖上表面皿,继续加热使高氯酸烟回流 15~20min。

4.4.2 盐酸和硝酸可以溶解的试样,将试样(4.2)置于 400 mL 烧杯中,用适量的酸将试样加热溶解,浓缩至体积约为 10 mL,加 40 mL 甲醇(2.9),将表面皿移开稍留缝隙,低温缓慢挥发至 10 mL 以下,加 5 mL 硝酸(2.4),20~30 mL 高氯酸(2.3),加热蒸发至冒烟。

4.4.3 取下稍冷,用 5 mL 盐酸(2.2)润湿盐类,加 100 mL 热水,再加热(但不要煮沸)使可溶性盐类溶解,加少量纸浆,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(2.6)洗净烧杯并洗涤沉淀至无铁离子〔用硫氰酸铵溶液(2.8)检查〕。再用热水洗涤三次。

4.4.4 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 15~20 min,以下按 4.4.3 款进行。

4.4.5 将 4.4.3 款及 4.4.4 款所得沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,烘干、灰化,稍冷,滴加盐酸(2.2)润湿沉淀,加 2 mL 甲醇(2.9),低温赶砷(酸可溶试样,已经赶过砷,可省去此操作)。继续蒸发沉淀至干涸。用铂坩埚盖盖上部分坩埚,于 1 000~1 050℃ 马弗炉中灼烧 30~40 min,取出,稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称量,反复灼烧至恒量。

4.4.6 沿坩埚内壁加 4~5 滴硫酸(2.7)、5 mL 氢氟酸(2.5),低温加热至冒尽硫酸烟,再将铂坩埚置于 1 000~1 050℃ 马弗炉中灼烧 20 min(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

按式(1)计算硅的百分含量:

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

式中: m_1 —— 氢氟酸处理前坩埚与沉淀的质量, g;

m_2 —— 氢氟酸处理后坩埚与沉淀的质量, g;

m_3 —— 氢氟酸处理前坩埚与试剂空白的质量, g;

m_4 —— 氢氟酸处理后坩埚与试剂空白沉淀的质量, g;

m_0 —— 称样量, g;

0.4674 —— 二氧化硅换算为硅的系数。

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

%

硅 量	允 许 差
0.10~0.50	0.04
>0.50~1.00	0.07
>1.00~3.00	0.10
>3.00~6.00	0.12

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人杨秋萍。