



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.5—2008
代替 GB/T 223.5—1997

钢铁 酸溶硅和全硅含量的测定 还原型硅钼酸盐分光光度法

Steel and iron—Determination of acid-soluble silicon and total silicon content—
Reduced molybdosilicate spectrophotometric method

(ISO 4829-1:1986 Steel and cast iron—Determination of total silicon content—Reduced molybosilicate spectrophotometric method—
Part 1: Silicon contents between 0.05 and 1.0% & ISO 4829-2:1988
Steel and iron—Determination of total silicon content—Reduced
molybosilicate spectrophotometric method—Part 2: Silicon
contents between 0.01 and 0.05% , MOD)

2008-08-19 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 223 的本部分修改采用 ISO 4829-1:1986《钢和铸铁 全硅含量测定 还原型硅钼酸盐分光光度法 第 1 部分:硅含量 0.05%~1.0%》和 ISO 4829-2:1988《钢铁 全硅含量测定 还原型硅钼酸盐分光光度法 第 2 部分:硅含量 0.01%~0.05%》,并整合成一个标准。

本部分的原理、溶解酸、显色体系、测量方式等与 ISO 4829-1:1986 和 ISO 4829-2:1988 一致。在不影响方法的准确度和精密度前提下,主要做了以下修改:

- 原试料处理后,试液稀释于 1 000 mL 容量瓶中定容,改为在 100 mL 容量瓶中定容,相应减少溶解酸量和分取显色溶液量。
- 原试料量一律为 0.50 g,改为分别称取 0.40 g、0.20 g 或 0.10 g。
- 原残渣在锆坩埚中用过氧化钠于 600 ℃ 熔融,改为在铂坩埚中用碳酸钠-硼酸混合熔剂于 950 ℃ 熔融。
- 原纯铁硅含量分别小于 5 $\mu\text{g/g}$ 和 2 $\mu\text{g/g}$,改为纯铁硅含量小于 0.002% (质量分数),并已知其准确含量。
- 原绘制校准曲线时,称取多份纯铁,在混合酸分解后,分别加入不同量硅标准溶液,改为称取一份纯铁,加混合酸分解定容,分液后分别加入不同量硅标准溶液。试剂中硅标准溶液的浓度亦作相应变动。
- 分析结果的计算式作了修改。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 223.5—1997 相比较,主要做了以下修改:

- 扩大了适用范围;
- 增加了全硅含量的测定方法;
- 显色时用抗坏血酸作还原剂,原标准采用硫酸亚铁铵作还原剂。

本部分的附录 A、附录 B 都是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:首钢总公司技术中心。

本部分参加起草单位:武汉钢铁(集团)公司、钢铁研究总院。

本部分主要起草人:张东生、宁伟光、曹宏燕、柯瑞华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

GB/T 223.5(二)—1981、GB/T 223.5—1988、GB/T 223.5—1997。

钢铁 酸溶硅和全硅含量的测定

还原型硅钼酸盐分光光度法

警告:使用 GB/T 223 的本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用还原型硅钼酸盐分光光度法测定钢铁中酸溶硅和全硅含量。

本部分适用于钢铁中质量分数为 0.010%~1.00% 的硅含量测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 223 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(GB/T 20066—2006,ISO 14284:1996,IDT)

3 原理

将试料以适宜比例的硫酸-硝酸或盐酸-硝酸溶解,用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融酸不溶残渣。在弱酸性溶液中,硅酸与钼酸盐生成氧化型硅钼酸盐(硅钼黄)。增加硫酸浓度,加入草酸消除磷、砷、钒的干扰,以抗坏血酸选择性还原,将硅钼酸盐还原成蓝色的还原型硅钼酸盐(硅钼蓝)。

在波长 810 nm 处,对蓝色的还原型硅钼酸盐进行分光光度测定。

4 试剂和材料

除非另有说明,分析中仅使用认可的分析纯试剂和二级水或三级水。

所有溶液应是现制备的,并储存于聚丙烯或聚四氟乙烯容器中。

- 4.1 纯铁,硅含量小于 0.004% 并已知其准确含量。
- 4.2 混合熔剂,二份碳酸钠和一份硼酸研磨至粒度小于 0.2 mm,混匀。
- 4.3 硫酸,1+3。于 600 mL 水中,边搅拌边小心加入 250 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL),冷却后,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.4 硫酸,1+9。于 800 mL 水中,边搅拌边小心加入 100 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL),冷却后,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.5 硫酸-硝酸混合酸。于 500 mL 水中,边搅拌边小心加入 35 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL)和 45 mL 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL),冷却后,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.6 盐酸-硝酸混合酸。于 500 mL 水中,加入 180 mL 盐酸(ρ 约 1.19 g/mL)和 65 mL 硝酸(ρ 约