

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.3—20XX

铍合金化学分析方法 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of beryllium alloy—
Part 3: Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometer method

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为YS/T ××××《镀合金化学分析方法》的第3部分，YS/T ××××已发布以下部分：

- 第1部分：镀含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第2部分：银、钴和锗含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、五矿铝业股份有限公司、富蕴恒盛铝业有限责任公司、宁夏中色新材料有限公司。

本文件主要起草人：王佳丽、王巧、白英丽、马肖、孙洪涛、温亚勇、谢奕斌、张新辉、冉梦璇、杨玉琼。

引 言

铍合金（铍质量分数范围：60%~65%）具有质量轻、高强度、高比刚度、优异的尺寸稳定性和减振降噪作用，且热膨胀系数低、导热性能良好等诸多优良特征，是国防和航空航天惯性导航系统、飞行器光电系统及其电子器件等结构支撑的重要选材之一，是当前及未来航空航天领域中必不可少的关键材料。因此，通过实验研究建立一套完整、切实可行的铍合金化学成分分析的方法标准十分必要。

YS/T ××××拟由5部分组成：

- 第1部分：铍含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第2部分：银、钴和锆含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法。

本系列方法填补了国内在铍合金检验领域的空白，对提升铍合金材料研发、应用与生产，提供有力支撑。

钹合金化学分析方法

第3部分：硅含量的测定

钹蓝分光光度法

警示——钹合金样品有全身性毒作用。本文件并未指出所有可能出现的安全问题。使用本文件的人员应有正规实验室工作的经验。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合有关国家法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了钹合金中硅含量的测定方法。

本文件适用于钹合金中硅含量的测定。测定范围：0.050%~0.50%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用硫酸和硝酸溶解。于70℃水浴条件下，加入氟化铵与硅形成可溶性硅酸盐，用饱和硼酸掩蔽剩余氟离子，调节pH为1.0~1.5，加入钹酸铵与正硅酸生成硅钹黄杂多酸。稳定15 min后，加入草酸掩蔽铁离子，用抗坏血酸将硅钹黄还原成硅钹蓝，稳定10 min后，于分光光度计波长680 nm处，测量其吸光度。

5 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合GB/T 6682的实验室二级水。

5.1 碳酸钠。

5.2 碳酸钾。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。

- 5.4 硫酸 ($\rho=1.84$ g/mL)。
- 5.5 硫酸 (1+1)。
- 5.6 氟化铵溶液 (30 g/L)：3g 氟化氨溶于少量水，稀释至 100 mL 聚乙烯容量瓶中。
- 5.7 饱和硼酸溶液：用热水溶解足量硼酸，充分搅拌，自然冷却，取上清液。
- 5.8 氨水 ($\rho=0.91$ g/mL)。
- 5.9 钼酸铵溶液 (25 g/L)：2.5 g 钼酸铵用热水溶解，冷却，过滤后，移入 100 mL 玻璃容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。
- 5.10 草酸溶液 (100 g/L)：10 g 草酸用热水溶解，冷却，移入 100 mL 玻璃容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。
- 5.11 抗坏血酸 (50 g/L)：5 g 抗坏血酸溶于少量水中，移入 100 mL 玻璃容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。(用时现配)
- 5.12 硫酸-硝酸混合酸：量取 65 mL 硝酸 (5.3) 到 1 000 mL 烧杯中，加入 600 mL 水，再加入 20 mL 硫酸 (5.4)，移入 1000mL 玻璃容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。
- 5.13 硅标准贮存溶液：准确称取 2.139 3 g 二氧化硅 ($w_{\text{Si}} \geq 99.99\%$)，预先于 850℃ 灼烧 1 h) 于铂坩埚中，加入 10 g 碳酸钠 (5.1) 和 5 g 碳酸钾 (5.2)，混匀，在酒精喷灯上熔融至熔体透明持续 10 min，冷却。用热水浸出后，移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1mg 硅。
- 5.14 硅标准溶液 A：移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液 (5.13) 于 100 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 硅。
- 5.15 硅标准溶液 B：移取 20.00 mL 硅标准贮存溶液 A (5.14) 于 100 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 硅。

6 仪器设备

分光光度计。

7 样品

样品可以是碎屑状或粉状，屑样单片尺寸不大于 5 mm×5 mm。

8 分析步骤

8.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量及定容体积

硅的质量分数 %	试料 g	定容体积 mL
0.050~0.10	0.1000	50
>0.10~0.50	0.1000	100

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料 (8.1) 置于 250 mL 塑料烧杯中, 缓慢加入 6 mL 硫酸 (5.5), 剧烈反应停止后, 加入 2 mL 硝酸 (5.3), 再加入 1.5 mL 氯化铵溶液 (5.6), 控制试液体积 60 mL 左右, 于 70 °C 水浴加热 10 min, 至试样溶解完全。取下冷却。加入 5 mL 饱和硼酸溶液 (5.7), 混匀, 用氨水 (5.8) 调节 pH 为 1.0~1.5, 将溶液按表 1 移入聚乙烯容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

8.4.2 移取 10.00 mL 试液 (8.4.1) 于 25 mL 比色管中, 加入 5 mL 钼酸铵溶液 (5.9), 混匀, 在 20 °C~30 °C 条件下放置 15 min。加入 1 mL 草酸溶液 (5.10), 混匀, 立即加入 1 mL 抗坏血酸溶液 (5.11), 用水稀释至刻度, 混匀, 放置 10 min。

8.4.3 移取部分试液于 1 cm 比色皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长 680 nm 处, 测量其吸光度, 从校准曲线上查出相应的硅量。

8.5 标准工作溶液的配制

8.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 硅标准溶液 B (5.15) 于 25 mL 比色管中, 稀释至 10 mL, 加入 0.5 mL 硫酸-硝酸混合酸 (5.12), 以下按 8.4.2 进行。

8.5.2 移取部分试液 (8.5.1) 于 1 cm 比色皿中, 以标准空白溶液做参比, 于分光光度计波长 680 nm 处, 测其吸光度, 以硅量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

9 试验数据处理

硅的含量以硅的质量分数 w_{Si} 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_{\text{Si}} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的硅量, 单位为微克 (μg);

V_0 ——试液总体积, 单位为毫升 (mL);

m_0 ——试样的质量, 单位为克 (g);

V_1 ——分取试液体积, 单位为毫升 (mL)。

计算结果保留两位有效数字, 数字修约按 GB/T 8170 规定执行。

10 精密度

10.1 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, 在表 2 给出的平均值范围内, 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) 情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据数据见附录 A。

表2 重复性限

$w_{Si}/\%$	0.10	0.35	0.51
$r/\%$	0.01	0.02	0.05

10.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表3 允许差

$w_{Si}/\%$	0.050~0.10	>0.10~0.35	>0.35~0.50
允许差/%	0.03	0.05	0.10

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 测定结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2020 年由 3 家实验室分别对硅含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室分别对每个水平的硅含量在重复性条件下独立测定 11 次。测量的原始数据见表 A. 1。

表 A. 1 精密度试验原始数据

元素	实验室	水平数	w/% (n=11)										
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Si	1	1	0.098	0.102	0.100	0.103	0.107	0.104	0.106	0.102	0.107	0.106	0.107
		2	0.365	0.358	0.339	0.349	0.351	0.348	0.353	0.354	0.347	0.350	0.354
		3	0.497	0.501	0.529	0.496	0.528	0.495	0.494	0.498	0.530	0.525	0.531
	2	1	0.109	0.108	0.110	0.113	0.114	0.116	0.114	0.112	0.106	0.111	0.107
		2	0.343	0.340	0.357	0.354	0.346	0.341	0.353	0.351	0.350	0.358	0.345
		3	0.501	0.508	0.504	0.528	0.520	0.498	0.503	0.504	0.520	0.512	0.536
	3	1	0.112	0.107	0.112	0.103	0.106	0.108	0.109	0.107	0.108	0.107	0.108
		2	0.325	0.318	0.334	0.333	0.317	0.319	0.321	0.329	0.332	0.333	0.336
		3	0.501	0.527	0.522	0.520	0.512	0.517	0.529	0.522	0.493	0.533	0.538