

前 言

本标准是对 ZB H62 002—85《热镀锌合金》行业标准进行修订,取消了 RZnAl0.15 牌号,新增加了 RZnAl0.42 牌号和 RZnAl5RE 牌号,RZnAl5RE 牌号的化学成分等同于 ASTM B 750—88《热镀 Zn-5%Al—RE 合金锭》。该标准中试样的采取和制备参照 ISO 3752《锌合金锭—化学分析试样的采取和制备》,标准的附录 A 参照 ASTM E1277—1991 标准中 ICP—AES 法,标准的编写格式和编写方法是依据 GB/T 1.1—1993 标准。这样更有利于提高热镀锌合金锭的标准水平。

修订 ZB H62 002—85 时,除仍保留实践证明适合我国热镀锌合金锭的生产和使用的那些内容外,另增加了三章。第一章,范围;第二章,引用标准;第三章,产品分类。并将“试验方法和检验规则”一章分成“试验方法”和“检验规则”独立章,各章的条号及内容有较大改变。

本标准自实施之日起,同时代替 ZB H62 002—85。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 都是标准的附录。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。

本标准起草单位:株洲冶炼厂、韶关冶炼厂。

本标准主要起草人王平如、余国珍、施惠婧、李亮、邓良平、张铁岩、钟声扬。

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 310—1995

热 镀 用 锌 合 金 锭

代替 ZB H62 002-85

Zinc alloy for hot dip galvanizing

1 范围

本标准规定了热镀用锌合金锭的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。
本标准适用于钢材热镀用锌合金锭。

2 引用标准

- GB 470 锌锭
- GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB 8170 数字修约规则
- GB/T 12689.1 锌及锌合金化学分析方法 EDTA 滴定法测定铝量
- GB/T 12689.2 锌及锌合金化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法测定铜量
- GB/T 12689.3 锌及锌合金化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量
- GB/T 12689.6 锌及锌合金化学分析方法 苯芴酮-溴化十六烷基三甲胺分光光度法测定锡量
- GB/T 12689.10 锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铅量
- GB/T 12689.12 锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镉量
- GB/T 12689.13 锌及锌合金化学分析方法 电热原子吸收光谱法测定铝量

3 产品分类

按组成合金的主要成分,热镀用锌合金锭产品分为两类。一类为 RZnAl0.36、RZnAl0.42 两个牌号;另一类为 RZnAl5RE 牌号。

4 技术要求

4.1 热镀用锌合金锭的牌号、代号及化学成分应符合表 1 的规定。

表 1

%

牌号	代号	主要成分				杂质含量,不大于								
		Zn	Al	Pb	La+Ce	Fe	Cd	Sn	Cu	Pb	Si	其他杂质元素		杂质总和
		余量	0.34~0.38	0.06~0.09	—	0.006	0.01	0.01	0.01	—	—	单个	总和	
RZnAl0.36	R36	余量	0.34~0.38	0.06~0.09	—	0.006	0.01	0.01	0.01	—	—	—	—	0.04
RZnAl0.42	R42	余量	0.40~0.44	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
RZnAl5RE	RE5	余量	4.7~6.2	—	0.03~0.10	0.075	0.005	0.002	—	0.005	0.015	0.02	0.04	—

4.2 物理规格

4.2.1 热镀用锌合金锭按形状、规格分为大锭和小锭。大锭呈短“T”字形,重量分为 1 600 kg±200 kg

中国有色金属工业总公司 1995-04-06 批准

1995 12 01 实施

和 1 000 kg ± 200 kg 两种;小锭呈长方梯形,锭底铸有二条凹槽,重量为 20~25 kg。

4.2.2 热镀用锌合金锭表面不得有熔渣和外来夹杂物。

4.2.3 热镀用锌合金锭不得有明显裂缝。

4.3 需方如对热镀用锌合金锭的化学成分和物理规格有其他要求时,由供需双方商定。

5 试验方法

5.1 RZnAl0.36、RZnAl0.42 2 个牌号的分析方法按 GB/T 12689.1、GB/T 12689.2、GB/T 12689.3、GB/T 12689.6、GB/T 12689.10、GB/T 12689.12、GB/T 12689.13 的规定进行。

5.2 RZnAl5RE 牌号的分析方法按本标准附录 A、附录 B、附录 C 的规定进行。

5.3 热镀用锌合金锭的重量用称量法检查。

5.4 热镀用锌合金锭的外观用肉眼检查。

6 检验规则

6.1 组批

同一熔炼号的热镀用锌合金锭为一检验批,批重不超过 60 t。

6.2 检查与验收

6.2.1 产品应由供方技术监督部门进行检验,保证产品质量符合本标准的规定,并填写质量证明书。

6.2.2 需方对收到的产品应按本标准的规定进行检验,如检验结果与本标准不符时应在收到产品之日起 60 d 内向供方提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,仲裁取样由供需双方共同进行。其供方的质量责任,按《中华人民共和国产品质量法》的有关规定执行。

6.3 取制样方法

6.3.1 取样数量

热镀用锌合金锭的取样锭数,大锭为从该批锭的每 10 个锭中任取一个锭,但总锭数不得少于 2 个;小锭为从该批锭的每 50 个锭中任取一个锭,但总锭数不得少于 6 个。

6.3.2 取样方法

6.3.2.1 热镀用锌合金锭大锭布点方法

在每一锭正反两表面各划二条对角线,在对角线上均匀布 5 点,一点在两对角线交点处,其余 4 点各在顶角与对角线交点之间的二分之一处(见图 1)

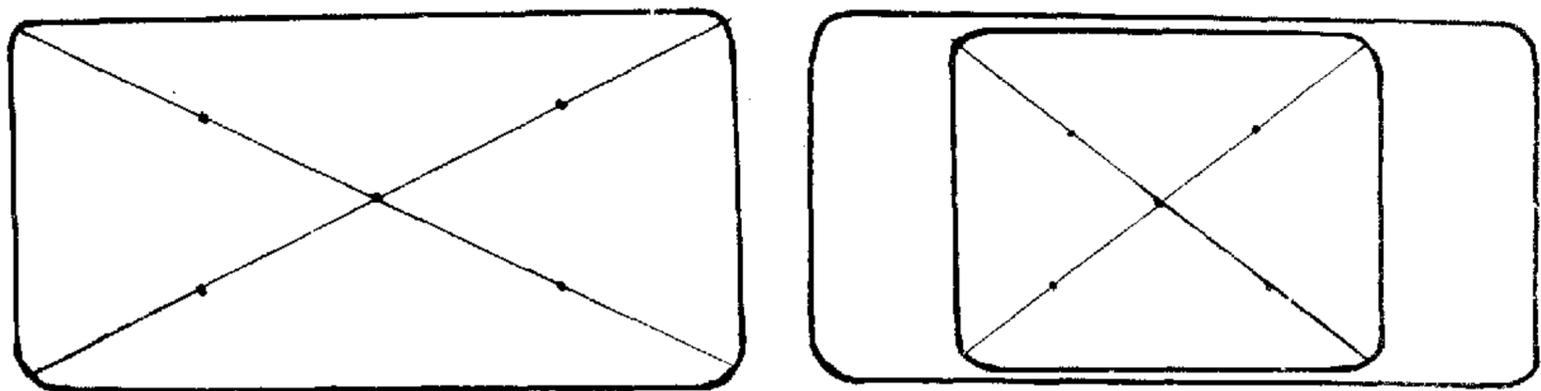


图 1 热镀用锌合金锭大锭布点位置示意图

6.3.2.2 热镀用锌合金锭小锭布点方法

将样锭按每 6 锭一组分组,不足 6 锭时补足 6 锭。样锭按长边相靠对齐摆放,第一锭浇铸面向上,第二锭浇铸面向下,依次交替排列成矩形,在此矩形上划出任一对角线。再在每锭表面划出三条平行于样锭长边的等分线。每锭上等分线与对角线的交点是布点位置(见图 2)。

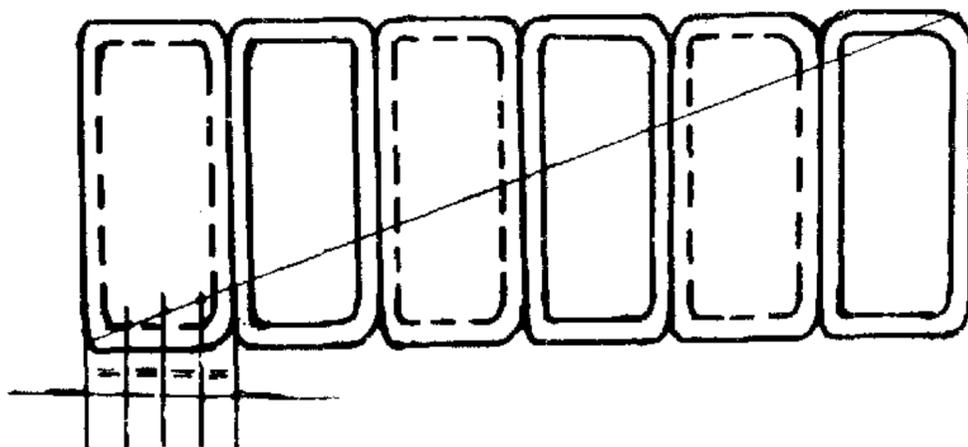


图2 热镀用锌合金锭小锭布点位置示意图

6.3.2.3 试样钻取方法

取样钻头直径为10~15 mm。钻孔时,应先去掉表皮钻屑,不得使用润滑剂。钻孔速度以钻屑不氧化为宜。钻孔深度不小于锭厚的二分之一。

6.3.3 试样制备方法

将所得钻屑剪碎至2 mm以下,混匀,用四分法缩分至1 000 g,用磁铁除净加工时带入的铁质,分成4等份,分别加封,2份用于分析,其余由供需双方各存一份。

6.4 检验结果的判定

6.4.1 化学成分检验结果的数字修约,按GB 8170中第3章的规定进行,修约后数值的判定按GB 1250中5.2.2规定进行。

6.4.2 热镀用锌合金锭的化学成分与本标准4.1不符时,按批作废。

6.4.3 热镀用锌合金锭的物理规格与本标准4.2不符时,按锭作废。

7 标志、包装、运输、贮存和质量证明书

7.1 标志

7.1.1 热镀用锌合金锭大锭的同一端面应有不易脱落、且清晰的商标、代号、批号和锭重等标志。

7.1.2 热镀用锌合金锭小锭上应有不易脱落、清晰的商标、代号、批号等标志。每捆上应有代号、捆重等标志。

7.2 包装

7.2.1 热镀用锌合金锭大锭不包装。

7.2.2 热镀用锌合金锭小锭用镀锌钢带捆扎包装,捆重为1 000±100 kg。

7.3 运输、贮存和质量说明书

7.3.1 热镀用锌合金锭禁止用带酸、碱、盐等腐蚀性物质的运输工具装运。

7.3.2 热镀用锌合金锭应贮存在干燥、通风、无腐蚀性物品的仓库里。

7.3.3 每批热镀用锌合金锭出厂时,应附质量说明书,其上注明:

- a. 供方名称;
- b. 商标;
- c. 产品名称;
- d. 牌号;
- e. 批号;
- f. 净重和件数;
- g. 分析检验结果及技术监督部门印记;
- h. 本标准编号;
- i. 生产日期。

附录 A
电感耦合等离子发射光谱法测定 RZnAl5RE
合金中的镧、铈、铝、铁、铅、镉量
 (补充件)

A1 范围

本方法规定了 RZnAl5RE 合金中镧、铈、铝、铁、铅、镉含量的测定方法。

本方法适用于 RZnAl5RE 合金中镧、铈、铝、铁、铅、镉含量的测定。测定范围见表 A1。

表 A1

%

元素	测定范围	元素	测定范围
La	0.010~0.20	Fe	0.010~0.20
Ce	0.010~0.20	Pb	0.001~0.020
Al	3.00~8.00	Cd	0.001~0.020

A2 方法提要

试料用盐酸溶解,在稀盐酸介质中直接以氩等离子光源激发,进行光谱测定。

A3 试剂和材料

A3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

A3.2 氩气($\geq 99.99\%$)。

A3.3 盐酸(1+1)。

A3.4 锌溶液:称取 50.000 0 g 金属锌($\geq 99.99\%$)置于 500 mL 烧杯中,加 150 mL 水,加 150 mL 盐酸(A3.1),加热缓慢溶解,溶解至少量时,加 5 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)使之溶解完全,取下,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

A3.5 铝标准溶液:称取 10.000 0 g 金属铝($\geq 99.99\%$)置于 500 mL 烧杯中,加 30 mL 水、30 g 氢氧化钠,待其溶解后,用盐酸(A3.3)中和至生成白色沉淀,再过量 100 mL 盐酸(A3.3),小心搅拌,加热溶解。取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 铝。

A3.6 镧标准贮存溶液:称取 2.332 6 g 三氧化二镧($\geq 99.99\%$,预先于 1 000 °C 灼烧 1 h,在干燥器中冷却,待用)置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 盐酸(A3.3),低温加热溶解,取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加 250 mL 盐酸(A3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 镧。

A3.7 铈标准贮存溶液:称取 2.456 8 g 二氧化铈($\geq 99.99\%$,预先于 1 000 °C 灼烧 1 h,在干燥器中冷却,待用)置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 硝酸(1+1),加适量过氧化氢(30%),低温加热溶解,取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加 250 mL 盐酸(A3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铈。

A3.8 铁标准贮存溶液:称取 2.000 g 金属铁($\geq 99.99\%$)置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 盐酸(A3.3),加热溶解,取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加 250 mL 盐酸(A3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铁。

A3.9 铅标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 金属铅($\geq 99.99\%$)置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解,取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加 250 mL 盐酸(A3.1),用水稀释至刻度,混

匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 铅。

A3.10 镉标准贮存溶液：称取 0.200 0 g 金属镉($\geq 99.99\%$)置于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 硝酸(1+1)，加 5 mL 盐酸(A3.1)，低温加热溶解，取下，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，加 250 mL 盐酸(A3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 镉。

A3.11 镧、铈、铁、铅、镉混合标准溶液：分别移取 20.00 mL 镧、铈、铁、铅、镉标准贮存液(A3.6~A3.10)于 200 mL 容量瓶中，加 40 mL 盐酸(A3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含镧、铈、铁各 200 μg ，含铅、镉各 20 μg 。

A4 仪器

A4.1 装有电感耦合等离子光源的原子发射光谱仪。

A4.2 光源：等离子光源，功率 1.6 kW。

A5 分析步骤

A5.1 试料

称取 2.000 0 g 试样，精确至 0.000 1 g。独立进行两次测定，取其平均值。

A5.2 测定

A5.2.1 将试料置于 100 mL 烧杯中，加入 40 mL 盐酸(A3.3)，低温加热溶解，取下，冷却，移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A5.2.2 将锌溶液(A3.4)、铝标准溶液(A3.5)及镧、铈、铁、铅、镉混合标准溶液(A3.11)按表 A2 浓度分别加入 6 个 200 mL 容量瓶中，各加 20 mL 盐酸(A3.3)，用水稀释至刻度，混匀，制得系列标准溶液。

表 A2

元素 \ 浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$	1	2	3	4	5	6
La	1	3	5	10	20	0
Ce	1	3	5	10	20	0
Fe	1	3	5	10	20	0
Al	300	500	600	700	800	0
Pb	0.1	0.3	0.5	1	2	0
Cd	0.1	0.3	0.5	1	2	0
Zn	9 500	9 500	9 500	9 500	9 500	10 000

A5.2.3 测定条件

等离子光源：入射功率 1.0 kW，反射功率小于 0.005 kW；

氩气流量：冷却气 10 L/min，载气 1.2 L/min；

观察高度：线圈上方 17 mm；

分析线及线性范围见表 A3。

表 A3

分析线, nm	线性范围, %	分析线, nm	线性范围, %	分析线, nm	线性范围, %
Al 394.403	3.00~8.00	La 398.862	0.01~0.20	Pb 405.782	0.001~0.020
Fe 259.940	0.01~0.20	Ce 413.380	0.01~0.20	Cd 228.802	0.001~0.020

A5.2.4 将表 A2 中所列的系列标准溶液的浓度输入计算机,并同时依次测定标准溶液(A5.2.2),在分析试液前做好工作曲线,将曲线系数储存于计算机中待用。测定试液(A5.2.1)时,同时测定表 A2 中序号为 6 和 5 两标准溶液分别作为高低标准。最后由计算机计算试液的浓度。

A6 分析结果的计算与表述

按式(A1)计算元素的百分含量:

$$\text{元素(\%)} = \frac{c \cdot V \cdot 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: c ——试液的浓度; $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液总体积, mL;

m ——试料的质量, g。

A7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 A4 所列允许差。

表 A4

%

元素	含量范围	允许差
La, Ce, Fe	0.010~0.050	0.004
	>0.050~0.100	0.015
	>0.10~0.20	0.020
Pb, Cd	0.001 0~0.005 0	0.000 3
	>0.005~0.010	0.001
	>0.010~0.020	0.002
Al	3.00~6.00	0.20
	>6.00~8.00	0.30

附录 B

苯芴酮-溴代十六烷基三甲胺分光光度法测定

RZnAl5RE 合金中的锡量

(补充件)

B1 范围

本方法规定了 RZnAl5RE 合金中锡量的测定方法。

本方法适用于 RZnAl5RE 合金中锡量的测定。测定范围: 0.000 1%~0.002%。

B2 方法提要

试料用酒石酸、硝酸溶解。在 0.6~0.8 mol/L 硝酸介质中,锡与苯芴酮在阳离子表面活性剂溴代十六烷基三甲胺存在下,形成有色的三元络合物,于分光光度计波长 510 nm 处,测量其吸光度。

在测定条件下,铝(4.7%~6.2%)、镧+铈(0.03%~0.10%)、铁($\leq 0.075\%$)、硅($\leq 0.015\%$)、铅($\leq 0.005\%$)、镉($\leq 0.005\%$)不干扰测定;钼($> 2 \mu\text{g}$)、锆($> 0.5 \mu\text{g}$)、铈(50 μg)有干扰。本合金中钼、锆、铈的含量甚微,不干扰测定。

B3 试剂

B3.1 氨水($\rho 0.90 \text{ g/mL}$)。

B3.2 硝酸(1+1),优级纯。

B3.3 硝酸(1+2),优级纯。

B3.4 硝酸(1+4),优级纯。

B3.5 草酸溶液(0.05 mol/L)。

B3.6 抗坏血酸溶液(50 g/L),过滤澄清,用时现配。

B3.7 尿素溶液(50 g/L)。

B3.8 酒石酸溶液(200 g/L),过滤澄清。

B3.9 α -二硝基苯酚溶液(1 g/L):称取 0.10 g α -二硝基苯酚置于 250 mL 烧杯中,先用少许无水乙醇溶解完全,加水至 100 mL,混匀。

B3.10 溴代十六烷基三甲胺(CTAB)溶液(6 g/L):称取 6.0 g CTAB 置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,微热溶解,冷却,加入 100 mL 无水乙醇,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

B3.11 苯芴酮乙醇溶液(0.3 g/L):称取 0.15 g 苯芴酮于 200 mL 烧杯中。加入 5 mL 硫酸(1+3)、50 mL 无水乙醇,搅拌溶解,先将部分溶液滤入 500 mL 容量瓶中,未溶解部分继续加入无水乙醇,搅拌至溶解完全,再滤入同一容量瓶中,用无水乙醇定容,混匀(避光保存)。

B3.12 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡($\geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$),盖上表皿,加热溶解,取下,冷却,加 50 mL 硫酸(1+1)、10 mL 酒石酸溶液(B3.8),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 100 μg 锡。

B3.13 锡标准溶液:移取 10.00 mL 锡标准贮存溶液(B3.12)于 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(B3.2)、5 mL 酒石酸溶液(B3.8),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 锡。

B4 仪器

721 型分光光度计。

B5 分析步骤**B5.1 试料**

按表 B1 称取试样,精确至 0.000 1 g。独立进行两次测定,取其平均值。

表 B1

锡含量, %	试料, g	试液总体积, mL	移取试液体积, mL
0.000 1~0.000 5	2.000 0		全量
$> 0.000 5 \sim 0.001 0$	1.000 0		全量
$> 0.001 0 \sim 0.002 0$	2.000 0	50	10.00

B5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

B5.3 测定

B5.3.1 将试料(B5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 2 mL 酒石酸溶液(B3.8)、15~25 mL 硝酸(B3.3),待剧烈反应后,低温加热至试料完全溶解。煮沸,驱除氮的氧化物并蒸发至 8~10 mL。

B5.3.2 以少许水洗表皿及杯壁,加入 5 mL 尿素溶液(B3.7),煮沸蒸发至 8~10 mL,冷却。

B5.3.3 高含量试料按表 B1 将试液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按表 B1 移取全量试液或部分试液于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至近 25 mL,加入 3~4 滴 α -二硝基苯酚溶液(B3.9)。

B5.3.4 用氨水(B3.1)和硝酸(B3.4)调节溶液至刚变为黄色,依次加入 5.0 mL 硝酸(B3.2)、3 mL 酒石酸溶液(B3.8)、1 mL 抗坏血酸(B3.6)、1 mL 草酸溶液(B3.5)和 5.0 mL 溴代十六烷基三甲胺溶液(B3.10),每加一种试剂均需混匀。

B5.3.5 准确加入 4.0 mL 苯芴酮乙醇溶液(B3.11),用水稀释至刻度,混匀。放置 20 min。

B5.3.6 将部分溶液移入 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的锡量。

B5.4 工作曲线的绘制

B5.4.1 分别移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 锡标准溶液(B3.13)于一组 50 mL 容量瓶中,用水稀释至近 25 mL,滴加 3~4 滴 α -二硝基苯酚溶液(B3.9)。以下按 B5.3.4~B5.3.5 操作。

B5.4.2 将部分溶液移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测其吸光度,以锡量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

B6 分析结果的计算与表述

按式(B1)计算锡的百分含量:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锡量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

B7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B2 所列允许差。

表 B2

%

锡含量	允许差
0.000 10~0.000 30	0.000 06
>0.000 3~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.002 0	0.000 3

附录 C

硅钼蓝分光光度法测定 RZnAl5RE 合金中的硅量
(补充件)

C1 范围

本方法规定了 RZnAl5RE 牌号合金中硅量的测定方法。

本方法适用于 RZnAl5RE 牌号合金中硅量的测定。测定范围:0.01%~0.02%。

C2 方法提要

试料用硝酸和氢氟酸溶解,在稀硫酸溶液中,硅与钼酸铵形成硅钼蓝,于分光光度计波长 680 nm 处测量其吸光度。

在测定条件下:在 50 mL 测定体积中,15 mg 铝无干扰,钪在 120 μg 以下,铈在 500 μg 以下不产生干扰。

C3 试剂

C3.1 硫酸(4 mol/L),优级纯。

C3.2 硝酸(1+2),优级纯。

C3.3 氢氟酸(40%),优级纯。

C3.4 钼酸铵溶液(50 g/L),优级纯。

C3.5 硼酸饱和溶液,优级纯。

C3.6 氢氧化钠溶液(100 g/L),优级纯。

C3.7 抗坏血酸溶液(50 g/L),用时现配。

C3.8 锌溶液(10 g/L):称取 10.000 0 g 金属锌($\geq 99.99\%$)置于 500 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(C3.2),低温加热溶解,煮沸,驱除氮的氧化物,取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

C3.9 硅标准贮存溶液:称取 0.107 1 g 二氧化硅($\geq 99.99\%$)与 3 g 碳酸钠在铂金坩埚中熔融,用水浸出熔融物,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 硅。

C3.10 硅标准溶液:移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(C3.9)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

C4 仪器

721 型分光光度计。

C5 分析步骤

C5.1 试料

称取 1.000 0 g 试样,精确至 0.000 1 g。独立进行两次测定,取其平均值。

C5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

C5.3 测定

C5.3.1 将试料(C5.1)置于 250 mL 聚乙烯塑料杯中,加 12 mL 硝酸(C3.2),在水浴中加热溶解,取下,滴加 10 滴氢氟酸(C3.3),加入 10 mL 饱和硼酸溶液(C3.5)及 50 mL 水,将溶液移入 100 mL 容量

瓶中,用水稀释至刻度,混匀。取两份 10.00 mL 溶液分别放入两个 50 mL 容量瓶中,用水稀释一个容量瓶至刻度,混匀,待用(比较液)。向另一个容量瓶加水至约 35 mL。

C5.3.2 用氢氧化钠溶液(C3.6)调节溶液酸度为 pH1~2(用精密试纸测定),加入 1 mL 钼酸铵溶液(C3.4),混匀,放置 10 min,加入 2 mL 硫酸(C3.1)、1 mL 抗坏血酸溶液(C3.7),用水稀释至刻度,混匀,放置 20 min。

C5.3.3 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以比较液为参比,于分光光度计波长 680 nm 处测量其吸光度。减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

C5.4 工作曲线的绘制

C5.4.1 分别移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 硅标准溶液(C3.10)于 6 个 50 mL 容量瓶中,依次加入 10.00 mL 锌溶液(C3.8),加水至 35 mL,以下按 C5.3.2 进行。

C5.4.2 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以标准系列中零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 680 nm 处测量其吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

C6 分析结果的计算与表述

按式(C1)计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的硅量, μg ;

V_0 ——试液的总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

C7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于 0.003%。