

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.3—2009  
代替 YS/T 539.3—2006

---

### 镍基合金粉化学分析方法 第3部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—  
Part 3: Determination of silicon content—  
Perchloric acid dehydration gravimetric analysis

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

---

## 前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：硼量的测定 酸碱滴定法；
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法；
- 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；
- 第 7 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 8 部分：铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 9 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法；
- 第 10 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钨量的测定 辛可宁称量法；
- 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 13 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法。

本部分为 YS/T 539 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 539.3—2006《镍基合金粉化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量》。

本部分与 YS/T 539.3—2006 相比较主要变化如下：

- 增加了前言；
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、西安锐坚金属有限责任公司。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：刘冰、杨秋萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8638.3—1988；
- YS/T 539.3—2006。

# 镍基合金粉化学分析方法

## 第3部分:硅量的测定

### 高氯酸脱水称量法

#### 1 范围

YS/T 539的本部分规定了镍基合金粉中硅含量的测定方法。

本部分适用于镍基合金粉中硅量的测定,测定范围:0.5%~6%。

#### 2 方法提要

试料经碱熔酸化(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质量分数。

#### 3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 过氧化钠。
- 3.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.3 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 3.4 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.5 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。
- 3.6 盐酸(1+19)。
- 3.7 硫酸(1+1)。
- 3.8 硫氰酸铵溶液(50 g/L)。
- 3.9 甲醇。

#### 4 分析步骤

##### 4.1 试料

称取0.50 g~1.00 g试样,精确至0.000 1 g。

##### 4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

##### 4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 4.4 测定

###### 4.4.1 试料的分解

###### 4.4.1.1 盐酸和硝酸可以溶解的试料

将试料(4.1)置于400 mL烧杯中,加30 mL盐酸(3.2)、4 mL硝酸(3.4)低温加热至试料溶解,浓缩至体积约为10 mL,加40 mL甲醇(3.9),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(3.4),25 mL高氯酸(3.3),加热蒸发至冒烟,继续加热使高氯酸烟回流15 min~20 min。