



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.5—2008

代替 GB/T 6987.5—2001, GB/T 6987.6—2001

## 铝及铝合金化学分析方法 第5部分：硅含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys  
—Part 5: Determination of silicon content

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-03-31 发布

2008-09-01 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 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定冷原子吸收光谱法
- 第 2 部分:砷含量的测定钼蓝分光光度法
- 第 3 部分:铜含量的测定
- 第 4 部分:铁含量的测定邻二氮杂菲分光光度法
- 第 5 部分:硅含量的测定
- 第 6 部分:镉含量的测定火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分:锰含量的测定高碘酸钾分光光度法
- 第 8 部分:锌含量的测定
- 第 9 部分:锂含量的测定火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:锡含量的测定
- 第 11 部分:铅含量的测定火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:钛含量的测定
- 第 13 部分:钒含量的测定苯甲酰苯胺分光光度法
- 第 14 部分:镍含量的测定
- 第 15 部分:硼含量的测定
- 第 16 部分:镁含量的测定
- 第 17 部分:锶含量的测定火焰原子吸收光谱法
- 第 18 部分:铬含量的测定
- 第 19 部分:钴含量的测定
- 第 20 部分:镓含量的测定丁基罗丹明 B 分光光度法
- 第 21 部分:钙含量的测定火焰原子吸收光谱法
- 第 22 部分:铍含量的测定依莱铬氰兰 R 分光光度法
- 第 23 部分:铈含量的测定碘化钾分光光度法
- 第 24 部分:稀土总含量的测定
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为第 5 部分。对应于 ISO 808:1973《铝及铝合金 硅量的测定 钼蓝光度法》和 ISO 797:1973《铝和铝合金 硅量的测定 重量法》,一致性程度为修改采用。附录 A 中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表;附录 B 中列出了本部分章条与 ISO 808:1973 和 ISO 793:1973 的技术性差异及其原因对照一览表。

本部分代替 GB/T 6987.5—2001《铝及铝合金化学分析方法 重量法测定硅量》和 GB/T 6987.6—2001《铝及铝合金化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量》。本次修订将 GB/T 6987.6—2001 的相关内容纳入本部分。

本部分与 GB/T 6987.5—2001 相比主要变化如下:

- 增加了“方法二:钼蓝分光光度法”,原标准内容作为“方法一:重量法”;
- 增加了“重复性”和“质量保证与控制”条款。

本部分的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位：抚顺铝业有限公司。

本部分方法一主要起草人：徐铁玲、田光、计春雷、席欢、马存真、范顺科。

本部分方法二主要起草人：杨丽梅、杨宇宏、田光、席欢、葛立新、朱玉华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.5—1986、GB/T 6987.5—2001；

——GB/T 6987.6—1986、GB/T 6987.6—2001。

MACHY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

# 铝及铝合金化学分析方法

## 第5部分：硅含量的测定

### 方法一：钼蓝分光光度法

#### 1 范围

本方法规定了铝及铝合金中硅含量的测定方法。

本方法适用于铝及铝合金中硅含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.40%。

本方法不适用于含锡的铝合金。

#### 2 方法提要

试料以氢氧化钠和过氧化氢溶解，用硝酸和盐酸酸化。用钼酸盐使硅形成硅钼黄络合物(pH 值约 0.9)用硫酸提高酸度，以 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸或抗坏血酸为还原剂，使硅形成硅钼蓝络合物。于分光光度计波长 810 nm 处测定其吸光度。

#### 3 试剂

制备溶液和分析用水均为二次去离子水。

3.1 硝酸 $[c(\text{HNO}_3)=8.0 \text{ mol/L}]$ ：移取 540 mL 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯)，以水稀释至 1 000 mL，混匀。以预先在约 110℃干燥过的 10.600 g 无水碳酸钠进行标定，以甲基红溶液(3.14)为指示剂。理论上应消耗 25 mL 硝酸。必要时加水或酸调成 8 mol/L。

3.2 盐酸 $[c(\text{HCl})=4.4 \text{ mol/L}]$ ：移取 352 mL 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ ，优级纯)，以水稀释 1 000 mL，混匀。以氢氧化钠溶液(3.4)进行标定。必要时，调整溶液浓度使 20.0 mL 盐酸溶液相当于 $(10.0 \pm 0.1)$  mL 氢氧化钠溶液(3.4)。

3.3 硫酸(9+31)。

3.4 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})=8.0 \text{ mol/L}$ ，优级纯]：溶解 320 g 氢氧化钠(塑料瓶装)于水中，冷却后，再以水稀释至 1 000 mL，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。用硝酸(3.1)进行标定。以甲基红溶液(3.14)为指示剂。

3.5 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.6 还原溶液。

3.6.1 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸(1.5 g/L)：用 100 mL 水溶解 7 g 无水亚硫酸钠，加入 1.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸，搅拌至完全溶解。另外用 800 mL 水溶解 90 g 偏二亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )。将此两种溶液混合，用中速定量滤纸滤于 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移入棕色瓶中，使用期不得超过一个月。

3.6.2 抗坏血酸溶液(20 g/L，用时现配)。

3.7 钼酸铵溶液(106 g/L)：将 53 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 250 mL 水中，加入 30 mL 氢氧化钠溶液(3.4)混匀，冷却。以水稀释至 350 mL，在不断搅拌下滴加氢氧化钠溶液(3.4)调节溶液至 pH 值约 7.2[用酸度计(4.2)检查]；过滤于 500 mL 容量瓶中，以水洗涤并稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

3.8 过氧化氢( $\rho 1.10 \text{ g/L}$ )。

3.9 亚硫酸钠溶液(100 g/L)。

3.10 基体溶液:于400 mL聚乙烯瓶中,加入40.0 mL氢氧化钠溶液(3.4),加入200 mL水,用54.0 mL硝酸(3.1)和40.0 mL盐酸(3.2)酸化,冷却。移入500 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

### 3.11 硅标准贮存溶液

3.11.1 称取0.214 0 g预先在1 000℃灼烧至恒重的二氧化硅(光谱纯)于铂坩埚中,盖上铂表皿,加入2 g碳酸钠和碳酸钾的混合物(1+1),熔融至透明,冷却。用温水溶解熔块,移入聚乙烯杯中,用水稀释至700 mL,移入1 000 mL容量瓶中定容。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含0.1 mg硅。

3.11.2 称取0.670 2 g氟硅酸钠(优级纯)于500 mL聚乙烯烧杯中,加入400 mL温水,盖上塑料盖。在水浴中加热至完全溶解,继续加热30 min,随时用聚乙烯棒搅拌,冷却。移入1 000 mL容量瓶中。以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含0.1 mg硅。

3.12 硅标准溶液(用时现配):移取50.00 mL硅标准贮存溶液(3.11.1或3.11.2)于500 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含0.01 mg硅。

3.13 硅标准溶液(用时现配):移取100.0 mL硅标准溶液(3.12)于500 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含0.002 mg硅。

3.14 甲基红溶液(0.2 g/L):溶解0.02 g甲基红于60 mL乙醇溶液(95+5)中,以水稀释至100 mL,混匀。

## 4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 酸度计。

## 5 试样

将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表1称取试样,精确至0.000 1 g。

表1

硅的质量分数 /%	试料/g	酸化用酸体积/mL		移取试液 (6.4.2)体积 /mL	补加空白试验 溶液(6.3) /mL	吸收池厚度 /cm
		硝酸(3.1)	盐酸(3.2)			
0.001~0.02	1.00	27.5	10.0	50.00	—	5
>0.02~0.20	0.25	17.0	10.0	50.00	—	1~3
>0.20~0.40	0.25	17.0	10.0	25.00	25.00	1

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验,酸化碱性溶液时用13.5 mL硝酸(3.1)和10.0 mL盐酸(3.2)。

注:空白试验的吸光度很低,例如不超过在相同条件下测量试样溶液所得吸光度的五分之一。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于100 mL银皿(或银坩埚)中,加10.0 mL氢氧化钠溶液(3.4),盖上银表皿,缓慢加热(不要煮沸)至完全溶解。加入2 mL过氧化氢(3.8),加热蒸发至糊状,冷却。用约30 mL温水

冲洗银表皿和银皿(或坩埚)壁。缓慢加热(不要煮沸)至盐类溶解。用温水稀释至 70 mL~80 mL,加热 15 min~20 min(不要煮沸)。

6.4.2 冷却,用聚乙烯棒边搅拌边将碱性试液(6.4.1)移入盛有酸化用酸(见表 1)和 50 mL 温水的 400 mL 烧杯中[勿使碱性试液(6.4.1)接触杯壁]。用温水洗涤银表皿和银皿(或坩埚)壁[如有氢氧化锰析出粘附在银皿(或坩埚)壁上,可加入少量盐酸(3.2)和数滴亚硫酸钠溶液(3.9)使其溶解,用温水洗入烧杯中]。将试液稀释至约 180 mL,加热至近沸,必要时加数滴亚硫酸钠溶液(3.9)使氢氧化锰完全溶解。缓慢煮沸 10 s~15 s,冷却。移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

注:钛含量高时,试液浑浊,用慢速定量滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中。用热水洗滤纸,洗液并入容量瓶中。

6.4.3 按表 1 移取试液(6.4.2)和补加的随同试料所做的空白试验溶液(6.3)于 100 mL 容量瓶中,加入 15 mL 水,加入 5 mL 钼酸铵溶液(3.7),混匀。于 20℃~30℃放置 10 min。

6.4.4 加入 5 mL 酒石酸溶液(3.5),15.0 mL 硫酸(3.3),5 mL 还原溶液(3.6),混匀。以水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

6.4.5 将部分试液(6.4.4)和随同试料所做的空白试验溶液(6.3)移入吸收池(见表 1)中,以水为参比,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度(在 30 min 内测定完毕)。以试液(6.4.4)的吸光度减去随同试料所做空白试验溶液(6.3)的吸光度。从工作曲线上查出相应的硅量。

## 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 根据试料中硅的质量分数的不同,移取 0、2.50、5.00、10.00、15.00、20.00 mL 硅标准溶液(3.13)或 0、5.00、10.00、15.00、20.00 mL 硅标准溶液(3.12)于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 25.0 mL 基体溶液(3.10),以水稀释至约 65 mL 加入 5 mL 钼酸铵溶液(3.7),混匀。于 20℃~30℃放置 10 min。以下按 6.4.4 进行。

6.5.2 将部分系列标准溶液(6.5.1)移入吸收池(见表 1)中,以试剂空白溶液(含基体溶液但不加硅标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度(在 30 min 内测定完毕),以硅含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按式(1)计算硅的质量分数  $w(\text{Si})(\%)$ :

$$w(\text{Si}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{\frac{V_1}{V} \times m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的硅量,单位为毫克(mg);

$V_1$ ——移取试液的体积,单位为毫升(mL);

$V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这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( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得。

硅的质量分数/%:	0.004 6	0.085	0.28
重复性限 $r$ /%:	0.000 1	0.003	0.02

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

硅的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.000 7
>0.005 0~0.007 5	0.001 1
>0.007 5~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.025	0.002 5
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.075	0.007
>0.075~0.100	0.010
>0.100~0.25	0.015
>0.25~0.40	0.03

## 9 质量控制与保证

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

## 方法二:重量法

## 10 范围

本方法规定了铝及铝合金中硅含量的测定方法。

本方法适用于铝及铝合金中硅含量的测定。测定范围:0.30%~25.00%。

## 11 方法提要

试料以氢氧化钠溶解,用高氯酸酸化并脱水。过滤、烘干、灼烧并称量二氧化硅。用氢氟酸挥发硅,称量残渣。根据两者称量之差测定硅量。

## 12 试剂

- 12.1 氢氧化钠(聚乙烯瓶装)。
- 12.2 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 12.3 氢溴酸( $\rho$ 1.49 g/mL)。
- 12.4 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 12.5 氢氟酸( $\rho$ 1.14 g/mL)。
- 12.6 高氯酸(1+2)。
- 12.7 盐酸(1+19)。
- 12.8 硫酸(1+1)。
- 12.9 氢氧化钠溶液(50 g/L,存贮于聚乙烯瓶中)。
- 12.10 过氧化氢溶液(6%)。
- 12.11 溴水(饱和溶液)。

## 13 仪器

高温炉。

## 14 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 15 分析步骤

## 15.1 试料

15.1.1 按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。对于过共晶的铝-硅合金应按粗细颗粒的比例称取试样。

表 3

硅的质量分数 /%	试料/g	氢氧化钠 (12.1)量/g	溶解试料加入水的体积/mL	硝酸(12.4) 体积/mL	高氯酸(12.2) 体积/mL	加入水 体积/mL
0.30~3.00	2.00	8	15	5	60	30
>3.00~7.00	1.00	6	10	5	45	20
>7.00	0.50~1.00	10	20	5	60	30

15.1.2 对于硅的质量分数大于 3%或镁的质量分数大于 2%的铝合金,按表 4 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 4

硅的质量分数 /%	试料/g	氢氧化钠溶液 (12.9)体积/mL	氢氧化钠 (12.1)量/g	硝酸(12.4) 体积/mL	高氯酸(12.2) 体积/mL	加入水 体积/mL
3.00~7.00	1.00	30	4.5	5	45	20
>7.00	0.50~1.00	30	8.5	5	60	30

15.1.3 对于含锡或铈的铝合金,按表 5 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 5

硅的质量 分数/%	锡或铈的 质量分数 /%	试料/g	溶解试料		高氯酸 (12.2)体积 /mL	水体积 /mL	氢溴酸 (12.3)体积 /mL	溴水 (12.11)体积 /mL
			氢氧化钠 (12.1)量/g	加水体积 /mL				
0.30~3.00	<6.00	2.00	8	15	80	30	15	10
	6.00~20.0	2.00	8	15	80	30	30	10
>3.00~7.00	≤6.00	1.00	6	10	80	30	10	10
>7.00	≤1.00	0.50~1.00	10	20	80	30	10	10

## 15.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 15.3 空白试验

随同试料(15.1)做空白试验。

## 15.4 测定

15.4.1 将试料(15.1)置于 250 mL 镍或银皿中,盖上镍或银表皿,按表 3 加入氢氧化钠(3.1)和水(小心分次加入)。待试料完全溶解,用尽量少的水洗涤皿盖和皿壁,蒸发至糊状(防止溅出),冷却。滴加 5 mL~6 mL 过氧化氢(12.10),并蒸发至糊状,如有必要,可用过氧化氢(12.10)进行重复处理,稍冷却。



注：对于硅的质量分数大于3%或镁的质量分数大于2%的铝合金，用以下方法代替15.4.1进行：

将试料(15.1.2)置于250 mL镍或银皿中，盖上镍或银表皿。按表4加入氢氧化钠溶液(12.9)，待剧烈反应后，按表4加入氢氧化钠(12.1)，加热至完全溶解。用尽量少的水洗涤表皿和皿壁，蒸发至糊状(防止溅出)，冷却。滴加5 mL~6 mL过氧化氢(12.10)，并蒸发至糊状，如有必要，可用过氧化氢(12.10)进行重复处理。稍冷却。

15.4.2 加入100 mL热水并冲洗皿壁，煮沸至盐类溶解，冷却。移入表3盛有硝酸(12.4)、高氯酸(12.2)和水的瓷蒸发皿中，仔细用热水洗涤皿和皿盖，用总量约10 mL高氯酸(12.6)分次淋洗粘附于皿和皿盖上的微粒(必要时可用带橡皮头的玻璃棒擦下)。用热水洗涤，将洗涤液合并于主液中。

15.4.3 用玻璃棒搅拌，若试液呈棕色，可加入数滴过氧化氢(12.10)。加热蒸发至有大量高氯酸烟冒出。溶液开始有结晶析出(约当冒高氯酸烟15 min~20 min时)，冷却。用热水溶解，按试料量将试液的体积稀释约为200 mL(0.5 g~1 g试料)或400 mL(2 g试料)。用玻璃棒仔细搅拌，加热使盐类完全溶解，加数滴过氧化氢(12.10)使已析出的二氧化锰溶解。

注：对于含锡和锑的铝合金，以下述方法代替15.4.1、15.4.2、15.4.3进行：

根据硅、锡(或锑)的含量将试料(15.1.3)置于250 mL镍或银皿中，盖上镍或银表皿。按表3加入氢氧化钠(12.1)和水(小心分次加入)，待剧烈反应后，加热至完全溶解。用尽量少的水洗涤表皿和皿壁，蒸发至糊状(防止溅出)，冷却。滴加5 mL~6 mL过氧化氢(12.10)，并再加热蒸发至糊状；如有必要，可用过氧化氢(12.10)进行重复处理，稍冷却。

加入100 mL热水并洗涤皿壁，煮沸至盐类溶解，冷却。移入按表5中盛有高氯酸(12.2)和水的瓷蒸发皿中，仔细用热水洗涤皿和皿盖，用总量约10 mL高氯酸(12.6)分次淋洗粘附于皿和皿盖上的微粒(必要时，可用带橡皮头的玻璃棒擦下)，用热水洗涤，将洗涤液合并于主试液中。用玻璃棒进行搅拌，若试液呈棕色，可加入数滴过氧化氢(12.10)。煮沸数分钟，然后于通风橱内，按表5中的试料量及锡(或锑)的质量分数，小心地分次少量加入溴水(12.11)和氢溴酸(12.3)(见表5)。逐渐升高温度将试液浓缩至有大量高氯酸白烟冒出。再继续冒烟5 min，盖上表皿继续加热20 min，冷却。用热水溶解并稀释体积为200 mL(0.5 g~1 g试料)或400 mL(2 g试料)。用玻璃棒小心搅拌，加热使盐类完全溶解，若有二氧化锰析出，可加数滴过氧化氢(12.10)溶解。

15.4.4 用玻璃棒搅拌，使硅酸的微粒成悬浮状态。用中速定量滤纸过滤，用热盐酸(12.7)洗涤滤纸5次~6次，再以沸水充分洗涤至无高氯酸。将滤液和洗涤液收集于烧杯中。

15.4.5 将收集的滤液和洗涤液移入原瓷蒸发皿中，加热蒸发至有大量高氯酸烟冒出，继续冒烟15 min~20 min，冷却。用热水溶解，将试液的体积稀释约为200 mL，用另一张中速定量滤纸过滤，用热盐酸(12.7)洗涤滤纸5次~6次，再以沸水洗涤至中性。回收粘附于瓷蒸发皿壁上的少量硅酸。

15.4.6 将两张滤纸连同沉淀置于已恒量的铂坩埚中。于500℃~600℃小心灰化完全(勿使滤纸燃着)。在高温炉中于1 000℃灼烧1 h置于干燥器中冷却，称重。重复灼烧至恒量。

15.4.7 于铂坩埚(15.4.6)中，加入1 mL~2 mL硫酸(12.8)和3 mL~5 mL氢氟酸(12.5)，蒸发至干[必要时重复用氢氟酸(12.5)处理]，在高温炉中于1 000℃灼烧至恒量，冷却，称重。

注：加入足量的硫酸(12.8)是必要的，因为可防止钛、锆存在时的部分挥发。

## 16 分析结果的计算

按式(2)计算硅的质量分数  $w(\text{Si})(\%)$ ：

$$w(\text{Si}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4675}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

$m_1$ ——挥发二氧化硅前铂坩埚和试料中二氧化硅的质量，单位为克(g)；

$m_2$ ——挥发二氧化硅后铂坩埚和残渣的质量，单位为克(g)；

$m_3$ ——挥发二氧化硅前铂坩埚和空白试验中二氧化硅的质量，单位为克(g)；

$m_4$ ——挥发二氧化硅后铂坩埚和空白试验中残渣的质量，单位为克(g)；

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

0.467 5——二氧化硅换算为硅的系数。

## 17 精密度

### 17.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这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( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得。

硅的质量分数/%:	0.781	2.894	11.09	23.66
重复性限 $r$ /%:	0.039	0.085	0.20	0.19

### 17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表6所列允许差。

表 6

硅的质量分数/%	允许差/%
0.30~0.50	0.03
>0.50~0.75	0.04
>0.75~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.10
>2.00~3.00	0.15
>3.00~4.00	0.20
>4.00~5.00	0.25
>5.00~7.50	0.30
>7.50~10.00	0.35
>10.00~15.00	0.40
>15.00~25.00	0.50

## 18 质量控制与保证

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

**附录 A**  
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 808:1973 和 ISO 797:1973 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 808:1973 和 797:1973 章条编号对照一览表。

**表 A.1 本部分章条编号与 ISO 808:1973 和 ISO 797:1973 章条编号对照表**

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
	ISO 808:1973 的条款
1	1
2	2
3	3
4	4
5	5
6.1	6.1
6.2	—
6.3	6.3
6.4.1~6.4.2	6.4.1、附录 A
6.4.3~6.4.4	6.4.2、6.4.3、附录 B
6.5	6.2
7	7
8	—
—	8
9	—
—	9
	ISO 797:1973 的条款
10	1
11	2
12	3
13	4
14	5
15	6
15.1	6.2、附录 A、附录 B 的表格
15.2	—
15.3	6.2
15.4	6.3、附录 A、附录 B
16	7
17	—
—	8
18	—

附 录 B  
(资料性附录)

本部分与 ISO 808:1973 和 ISO 797:1973 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本部分与 ISO 808:1973 和 ISO 797:1973 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本部分与 ISO 808:1973 和 ISO 797:1973 技术性差异及其原因表

本部分的章条编号	技术性差异	原 因
1	将 ISO 808:1973 中的的分析限“0.02%~0.4%”扩展为“0.001%~0.40%”。 将 ISO 808:1973 第 1 章中“本方法不适用于……”修改为“本方法不适用于含锡的铝合金”	适应我国铝行业发展的需求。 适应我国标准版式
2	基本原理未修改,按我国标准习惯表述	适应我国标准习惯
3.3	ISO 808:1973 国际标准 3.10 为 8 N,本部分的 3.3 为(9+31)	适应我国标准习惯
3.1	将 ISO 808:1973 国际标准 3.2 中的 10 N 盐酸的配制方法省略	适应我国标准版式及实际操作习惯
3.3	将 ISO 808:1973 国际标准 3.3 中的 5 N 氢氧化钠的配制方法省略	适应我国标准版式及实际操作习惯
3.7	将 ISO 808:1973 国际标准 3.4 中的钼酸钠的配制方法省略	适应我国普遍使用钼酸铵的习惯
3.9	将 ISO 808:1973 国际标准 3.2 中的饱和亚硫酸溶液,修改为亚硫酸钠溶液	更便于操作与保存
4	将 ISO 808:1973 国际标准的 2 个分项修改为分光光度计和酸度计	适应我国标准习惯
5	将 ISO 808:1973 国际标准的内容简化为“将试样加工成厚度不大于 1 mm 碎屑”	适应我国标准版式习惯
6.1	与 ISO 808:1973 国际标准 6.1 相比,提高了称量精度。按样品中硅含量分段称样	适和我国标准分析限的实际情况
6.2	与 ISO 808:1973 国际标准第 6 章相比,增加了“测定次数”	适应我国质量管理
6.4	将 ISO 808:1973 标准中 6.4.2 的注直接加到 6.4.2 中。 在 ISO 808:1973 标准的 6.4.4 为验证试验,删除	适应我国标准版式 适应我国标准具体分析限情况
6.5	比 ISO 808:1973 标准 6.2 增加了下分析限部分标准曲线的点	方便操作
7	与 ISO 808:1973 标准第 7 章相比,体积比的表述不同	适应我国标准版式
8	将 ISO 808:1973 标准的第 8 章为试验报告删掉,本标准为精密度。增设允许差一节	适应我国标准体制
9	ISO 808:1973 标准无第 9 章,本标准增加了“质量控制与保证”	满足我国质量管理,适应我国标准版式

表 B.1 (续)

本部分的章条编号	技术性差异	原因
10	将 ISO 797:1973 中的的分析限“大于或等于 0.3%”修改为“0.3%~25.00%”。 将 ISO 797:1973 第 1 章中“本方法对下列特殊情况不完全适用……”去掉	适应我国标准版式
12	将 ISO 797:1973 中第 3 章试剂的当量浓度表示全部去掉	不再使用当量浓度
13	将 ISO 797:1973 中的一般实验设备修改为高温炉	适应我国标准版式
14	将 ISO 797:1973 国际标准的内容简化为“将试样加工成厚度不大于 1 mm 碎屑”	适应我国标准版式习惯
15	将 ISO 797:1973 的附录 A 和 B 的情况用表格的形式列为 15.1 试料	适应我国标准版式习惯
15.2	与 ISO 797:1973 国际标准第 6 章相比,增加了“测定次数”	适应我国标准版式习惯
15.4.1	将 ISO 797:1973 的附录 A 的情况作为 15.4.1 的注	适应我国标准版式习惯
15.4.3	将 ISO 797:1973 的附录 B 的情况作为 15.4.3 的注	适应我国标准版式习惯
15.4.6	将 ISO 797:1973 的“1 100℃~1 150℃”修改为 1 000℃	防止铂皿过软
17	将 ISO 797:1973 标准的第 8 章为试验报告删掉,本标准为精密度。增设允许差一节	适应我国标准体制
18	ISO 797:1973 标准无此章,本标准增加了“质量控制与保证”	满足我国质量管理,适应我国标准版式