**ICS 77.150.40**

ICS 77.120.40

CCS H 13



**H 69**

中华人民共和国国家标准

GB/T XXX .3-202X

镍合金化学分析方法

第3部分:硅含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法

 Methods for chemical analysis of nickel alloys—

Part3：Determination of silicon content—Fame atomic absorption spectrometry and Molybdenum blue spectrophotometry

（ISO 7530-8:1992, Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 8: Determination of silicon content, MOD）

 （送审稿）

20XX-XX-XX发布 20XX-XX-实施

国家市场监督管理总局

发布

国家标准化管理委员会

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。

本文件是GB/T XXX《镍合金化学分析方法》的第3部分。GB/T xxx已经发布了以下部分:

——第1部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——第2部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第3部分：硅含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法；

——第4部分：钒含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：铝含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件方法1修改采用ISO 7530-8:1992《镍合金 硅含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。本文件与ISO 7530-8:1992 相比在结构上有较多调整，附录A中列出了本文件与ISO 7530-8:1992 的章条编号对照一览表。

本文件方法1与7530-8:1992相比存在技术性差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线（|）进行了标示。附录 B 给出了相应技术性差异及其原因。

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。

 本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、金川集团股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、株洲冶炼集团股份有限公司、 国标（北京）检验认证有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、山西太钢不锈钢股份有限公司、山西北方铜业股份有限公司、北矿检测技术股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、酒泉钢铁（集团）有限责任公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司、紫金矿业集团股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、防城港市东途矿产检验有限公司、甘肃精普检测科技有限公司、紫金铜业有限公司、云南华联锌铟股份有限公司。

本文件主要起草人： 。

引 言

镍合金普遍用于仪器仪表、电子通讯、压力容器、耐蚀装置，广泛用于航天航空以及高端特殊用途的机器设备制造等工业，是工业发展重要的金属原料之一。镍合金加入硅元素，能显著降低合金熔点，扩大固液相线温度区，形成低熔共晶体；有脱氧[还原作用](https://baike.baidu.com/item/%E8%BF%98%E5%8E%9F%E4%BD%9C%E7%94%A8%22%20%5Ct%20%22_blank)和造渣功能；能对涂层起硬化、强化作用；能改善操作工艺性能等。镍合金化学分析方法国际标准已经存在数十年，随着我国工业进步，对高端金属材料镍合金的生产和进出口需求增大，为此，将国际标准转化为国家标准对助力有色工业发展升级和国内制造业发展具有重要意义。GB/T XXXX旨在建立一套完整且切实可行的检验镍合金中铬、磷、铌、钼、铝、钒、硅、钴、铜等元素的标准方法，转化以下国际标准：

——ISO 7592:2017镍合金 铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——ISO 9388:1992镍合金 磷含量的测定 钼蓝分子吸收光谱法；

——ISO 7530-1:2015镍合金 火焰原子吸收光谱分析 第1部分：钴、铬、铜、铁和锰的测定；

——ISO 11435:2011镍合金 钼含量的测定 电感耦合等离子体/原子发射光谱法；

——ISO 7530-7:1992镍合金 火焰原子吸收光谱分析第7部分：铝含量的测定；

——ISO 7530-8:1992镍合金 火焰原子吸收光谱分析第8部分：硅含量的测定；

——ISO 7530-9:1993镍合金 火焰原子吸收光谱分析第9部分：钒含量的测定；

——ISO 22033:2011镍合金 铌含量的测定 电感耦合等离子体/原子发射光谱法；

——ISO 11436:1993镍和镍合金 总硼含量的测定 姜黄分子吸收光谱法。

GB/T XXXX拟由9个部分组成：

——第1部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——第2部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第3部分：硅含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法；

——第4部分：钒含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：铝含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分：钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第7部分：钴、铬、铜、铁和锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第8部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第9部分：总硼含量的测定 姜黄素分光光度法。

本文件可以确保国家标准的先进性，促进我国镍合金检测技术的进步，保证行业从业人员在生产、应用、科研、检测过程中有标准可依，准确分析镍合金中硅的化学成分，对指导镍合金加工工艺则有着尤为关键的作用。

镍合金化学分析方法 第3部分：硅含量的测定

氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。本文件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

本文件规定了镍合金中硅含量的测定方法。

本文件适用于镍合金中硅含量的测定。方法1测定范围：0.2 %～1 %；方法2测定范围：0.05 %～4.20 %。本文件测定范围重叠区间的仲裁方法为方法2。

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 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方法1氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法

4.1原理

试样在酸中溶解，在盐酸-稀氢氟酸介质中，将试验溶液吸入原子吸收光谱仪的氧化亚氮-乙炔火焰中，于原子吸收光谱仪波长251.6 nm处，使用氧化亚氮-乙炔火焰，测量硅的吸光度，用工作曲线法计算硅的含量。

4.2 试剂

除非另有说明，在分析过程中仅使用确认为分析纯的试剂以及蒸馏水或相当纯度的水

4.2.1 盐酸 ( *ρ*=1.19 g/mL)。

4.2.2 硝酸 ( *ρ=*1.42 g/mL)。

4.2.3 氢氟酸 ( *ρ*=1.13 g/mL)。

4.2.4氢氟酸（1+9）。

4.2.5氯化锂(LiCI)溶液。

将25 g氯化锂转移到250 mL烧杯中，溶解在150 mL温水中。冷却后，转移到一个200 mL的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。储存于塑料瓶中。

4.2.6 硅，标准贮存溶液(1000 µg/mL)。

称取1.000 g单质硅粉（*w*si≥99.9%）精确至0.001 g，转移到250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸(4.2.2)，用水清洗烧杯壁。逐滴加入氢氟酸(4.2.3)，持续保持溶解反应反应(大约需要10 mL氢氟酸)。大部分硅溶解后，加入10 mL氢氟酸(4.2.3)，盖上表面皿，将烧杯温度控制在50℃以下，直至溶解完全，取下冷却，移入1000 mL塑料容量瓶中，补加20 mL盐酸(4.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。存储于聚乙烯瓶中。

4.2.7 硅，标准溶液(100 µg/mL)。

使用塑料吸管，将50.0 mL的硅标准贮存溶液(4.2.6)转移到500 mL的塑料容量瓶中。加入5 mL氢氟酸(4.2.3)和10 mL盐酸(4.2.1)。用水稀释至刻度，混匀。存储于聚乙烯瓶中。

4.3 仪器和器皿

4.3.1塑料烧杯，容量250 mL，最好是聚四氟乙烯。

4.3.2丙烯酸体滴定管，50mL，分0.1 mL级。

4.3.3聚丙烯吸量管，10 mL、 25 mL和50 mL。

4.3.4聚丙烯或聚甲基戊烯单标线容量瓶,容量为100 mL、500 mL或1000 mL。

4.3.5 原子吸收光谱仪，附硅空心阴极灯。

4.3.5.1在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，硅的特征浓度应不大于**2.0** µg/mL；

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量11次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.50%；

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成5段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

~~4.3.5.2~~ 警告：应密切遵循制造商的建议，并特别注意以下安全点。

1. 乙炔的爆炸性性质及其使用规定。
2. 需要通过有色玻璃来保护操作者的眼睛免受紫外线辐射。
3. 需要保持燃烧器远离沉积物，因为一个严重堵塞的燃烧器可能会引起闪回。
4. 需要确保捕水器充满水。
5. 需要在测试溶液、空白液和/或校准溶液之间吸入蒸馏水清洗。
6. 所使用的原子吸收光谱仪应根据4.3.5.1中给出的仪器性能参数进行检查。仪器应配备适用于空气/乙炔和氧化亚氮/乙炔火焰的燃烧器。该仪器应适合在制造商推荐的电流下使用单元件或多元件空心阴极灯进行工作

4.4 取样和样品制备

4.4.1取样和样品制备应按照商定的正常程序进行，如有争议，应按适当的国家或国际标准进行。

4.4.2实验室样品通常是粉碎或钻孔的形式，不需要进一步制备样品。

4.4.3如果怀疑实验室样品在铣削或钻孔过程中被油或油脂污染，应用高纯丙酮清洗，然后在空气中干燥。

4.4.4如果实验室样品中含有大小变化很大的颗粒或碎片，则测试样品应筛分后，分别按比例测定。

4.4.5如果使用钎焊合金工具制备实验室样品，则样品应进一步用15%(质量分数)硝酸酸洗几分钟，:然后用蒸馏水清洗几次，然后再用丙酮清洗，在空气中干燥。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

称取1.00 g试样，精确至0.0001g。

4.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4测定

 将试料（4.5.1）置于一个干净的塑料烧杯中(4.3.1)。加入一份硝酸(4.2.2) 和三份盐酸 (4.2.1) 的混合物20 mL。置于低温电热板上加热，并保持反应直到完全溶解。如果合金抗溶出，加入盐酸(4.2.1)，以1mL为增量，继续加热溶解试样。取下，冷却溶液。 用最少的水清洗盖子和烧杯壁。加入5 mL氢氟酸(4.2.4)，静置1小时，间歇旋转

注1：对于某些合金，可以直接加入5 mL硝酸(4.2.2)，就可以溶解完全。

注2：铬高样品，先加10 mL盐酸(4.2.1)，低温逐步滴加硝酸(4.2.2)，持续保持溶解反应剧烈，如此反复直至完全溶解。

4.5.5 测试溶液的制备

4.5.5.1 硅含量为0.2% ～0.5%的样品溶液

将样品溶液（4.5.4）转移到100 mL塑料容量瓶中，加入2 mL盐酸(4.2.1)，用水稀释至大约80 mL，加入3mL氯化锂溶液(4.2.5)，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.5. 2硅含量为0.5% ～1.0%的样品溶液

将样品溶液（4.5.4）转移到100 mL的塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用移液管将50.0 mL的此溶液转移至100 mL塑料容量瓶中，加入2 mL盐酸(4.2.1)和2.5 mL氢氟酸(4.2.4)，用水稀释至80毫升左右，加入3毫升氯化锂溶液(4.2.5)，用水稀释至刻度，混匀。。

4.6 硅标准溶液

使用塑料滴定管(4.3.2)，分别移取为0 mL、10.0 mL、20.0 mL、30.0 mL、40.0 mL和50.0 mL硅标准溶液(4.2.7 )于6个100 mL塑料容量瓶中，加入2 mL盐酸(4.2.1)和5 mL氢氟酸(4.2.4)，用水稀释至约80mL，混匀。加入3 mL氯化锂溶液(4.2.5)，用水稀释至刻度，混匀。这些标准溶液分别对应硅含量为0 µg/mL 、10 µg/mL、20 µg/mL、30 µg/mL、40 µg/mL和50 µg/mL。

4.7校准与测定

4.7.1原子吸收测量

——将待测元素的空心阴极灯安装到原子吸收光谱仪（4.3.5）上，接通电流，使其稳定。

——按照制造商的说明，安装用于硅测定的氧化亚氮/乙炔燃烧器；使用251.6 nm的波长和富燃一氧化亚氮乙炔火焰。

——根据制造商的建议，设置所需的仪器参数。点燃燃烧器并吸水，直到达到热平衡。火焰条件将根据所确定的元素而变化。

——确保仪器满足规定的性能要求。操作参数的最佳设置因仪器而异。可能必须使用规模扩展来获得所需的可读性。

—— 确保校准溶液和测试溶液在相同温度的1℃范围内。

——吸水，使仪器为零。抽吸出校准溶液和测试溶液，并记录读数，以确定测试溶液的近似浓度

——每次测定试验溶液和空白溶液，需要选择两个标准溶液，一个标准溶液的吸光度刚好低于试验溶液的吸光度，另一个标准溶液的吸光度刚好高于试验溶液的吸光度。

——以水调零，分别按照浓度递增的顺序或浓度递减的顺序测量空白溶液、试验溶液和标准溶液的吸光度。当获得一个稳定的响应时，记录读数。通过在每个测试或校准溶液之间吸水来冲洗系统。

——再重复测量全套校准和测试溶液两次，并记录数据。

注3:为了消除二氧化硅记忆效应，必须先对燃烧器系统进行预处理，然后再进行分析。当火焰燃烧时，吸入稀盐酸溶液，直到原始基线信号恢复，即燃烧器顶部的二氧化硅沉积已经挥发。然后按照指示吸入蒸馏水。

4.7.2 工作曲线的绘制与测定

选择与试样中被测元素含量范围对应的标准溶液，用被测元素的浓度与测量的吸光度绘制标准曲线。使用适当的光谱仪软件或脱机计算机进行回归计算或编制图形表示。

有些仪器可以直接读出被测元素的浓度。应绘制仪器响应与被测元素浓度的关系图，以检查读数的有效性。

4.8 试验数据处理

硅含量以硅的质量分数*w*Si计，按公式（1）计算：

*w*Si= %…………………………………（1）

式中：

——自工作曲线上查得的测定试液中硅的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——自工作曲线上查得的空白溶液中硅的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——试液总体积，单位为毫升（mL）；

2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*—— 试料的质量，单位为克（g）；

$V$1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后二位（？）。数字修约按GB/T 8170规定执行。

4.9 精密度

4.9.1 重复性

精密度数据由4个国家6家实验室对硅含量6个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的硅含量在重复性条件下独立测定4次。在重复性条件下获得的两次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*）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。测量硅所用样品的原始数据见附录C。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Si /% | 0.403 | 0.344 | 0.614 | 0.816 | 0.721 | 0.336 |
| *r*/% | 0.0185 | 0.0110 | 0.0470 | 0.0551 | 0.0491 | 0.0187 |

4.9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Si /% | 0.403 | 0.344 | 0.614 | 0.816 | 0.721 | 0.336 |
| *R*/% | 0.0694 | 0.0436 | 0.0682 | 0.127 | 0.0778 | 0.0448 |

5 方法2钼蓝分光光度法

5.1 方法原理

试样用酸溶解，尿素分解氮的氧化物，饱和硼酸溶液络合过量氟离子，在pH=1.5~1.7硅与钼酸铵生成黄色硅钼杂多酸，用还原液将其还原为硅钼蓝，于分光光度计波长650nm处测量其吸光度。

5.2试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

5.2.1 硝酸（*ρ=*1.42 g/mL）。

5.2.2 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

5.2.3 氢氟酸（*ρ*=1.13 g/mL）。

~~5.2.4 硫酸 (~~*~~ρ~~*~~= 1.84 g/mL)。~~

5.2.4 过氧化氢（30%）。

5.2.5 硝酸（1+3）。

5.2.6 硫酸（1+1）。

5.2.7 硫酸（1+9）。

5.2.8 氨水（1+1）。

5.2.9 尿素溶液（100 g/L）：称取 100 g尿素溶解于 1 000 mL 水中。

5.2.10 硼酸饱和溶液（60 g/L）：称取 60 g 硼酸溶解于1 000 mL热水中，冷却至室温。

5.2.11 钼酸铵溶液（80 g/L）：称取:80 g 钼酸铵溶解于 1 000 mL 热水中，冷却至室温。

5.2.12 草酸溶液（60 g/L）：称取:60 g 草酸溶解于1 000 mL 水中。

5.2.13 抗坏血酸溶液(20g/L)：称取2 g抗坏血酸溶于 100 mL 水中，用时现配。

5.2.14 还原液：抗坏血酸溶液（5.2.13）与硫酸（5.2.6）、草酸溶液（5.2.12）按5：2：8比例混匀，用时现配。

5.2.15 镍基体溶液（2 mg/mL）：称取 1.000 g金属镍（*w*Ni≥99.95%）置于250 mL烧杯中 ，加入 60 mL 硝酸（5.2.5），加热溶解后，加入50mL尿素溶液（5.2.9），冷却后移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。存储于塑料瓶。

5.2.16 硅标准贮存溶液(1 000 µg/mL)：称取1.0 697 g预先在1 000 ℃ 灼烧30 min 并于干燥器中冷却至室温的二氧化硅（优级纯）于铂坩埚中，加入 5 g 碳酸钠、5g碳酸钾，混匀。在 1 000 ℃ 高温炉中熔融20 min ，取出冷却，于聚四氟乙烯烧杯中用热水浸出熔块，冷却后移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 mL 含1 mg 硅。

5.2.17 硅标准溶液(50 μg/mL)：准确移取25.00 mL的硅标准贮存溶液(5.2.16)于 500 ml 的塑料容量瓶中，用水稀释至刻度线，混匀后转入聚乙烯瓶中。

5.2.18 对硝基苯酚溶液（1 g/L）：称取0. 1 g对硝基苯酚溶解于100 mL水中。

5.3仪器

分光光度计。

5.4 取样和样品制备

5.4.1 实验室样品的取样和制备应当按照正常约定的程序进行，如有争议，应当按照有关的国际标准进行。

5.4.2 实验室样品通常以研磨或钻孔的形式进行，不需要进一步的机械准备。

5.4.3 实验室样品用纯丙酮洗涤，在空气中干燥。

5.4.4 如果实验室样品中含有大小变化很大的颗粒或碎片，则测试样品应筛分后，分别按比例测定。

5.4.5 如果使用钎焊合金工具制备实验室样品，则样品应进一步用15%(质量分数)硝酸酸洗几分钟，:然后用蒸馏水清洗几次，然后再用丙酮清洗，在空气中干燥。

5.5 试验步骤

5.5.1试料

称取0.10g试料，精确至0.0001g。

5.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4测定

5.5.4.1将试料（5.5.1）置于干净的聚四氟乙烯烧杯中，加入15mL硝酸(5.2.5)，盖上聚四氟乙烯烧杯盖，低温溶解20 min直到完全溶解。如果合金抗溶出，以2 mL为增量加入盐酸(5.2.2)，继续加热至完全溶解试料。

注1：如果样品加入盐酸（5.2.2）加热5 min后仍无明显反应，将试样溶液蒸至近干（或重新称取试样），加10 mL盐酸（5.2.2），加2 mL过氧化氢（5.2.4），盖好烧杯盖，低温溶解至剧烈反应停止，反复补加2 mL过氧化氢（5.2.4）至试样溶解清亮，用少量水吹洗杯盖和烧杯壁，低温加热至过氧化氢完全分解（无细密气泡产生）。若样品经过氧化氢溶解后仍有难溶小颗粒，加3滴氢氟酸（5.2.3），于40～60 ℃保温 20 min 可溶解。

取下烧杯，摇动，驱赶氮氧化物等，用最少量的水吹洗盖子和烧杯壁，冷却至60℃以下，加入3滴氢氟酸（5.2.3），于40～60 ℃保温 20 min ，趁热加入5 mL 尿素溶液（5.2.9），摇动溶液，使氮的氧化物分解，加入15 mL 硼酸饱和溶液（5.2.10），摇匀，冷却至室温。用水吹洗盖子和烧杯壁，将溶液转移到100 mL 塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.5.4.2按表3移取两份溶液，分别置于100 mL塑料容量瓶中，一份作为显色溶液，一份作为参比溶液。

表3 试液分取体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品中硅含量，% | 分取体积，mL | 工作曲线匹配镍基体溶液体积，mL |
| 0.050～0.50 | 20 | 10 |
| ＞0.50～4.20 | 5 | 2.5 |

5.5.4.3显色溶液：加入1滴对硝基苯酚溶液（5.2.15），用氨水（5.2.8）调至黄色出现，立即用硫酸（5.2.7）调至黄色退去并过量2 mL[注2]，加水至约50 mL，加入5mL钼酸铵溶液（5.2.11），每加一种试剂均需混匀，于20℃~35℃，放置20～30 min 。加入15 mL还原液（5.2.14），用水稀释至刻度，混匀。放置15~30 min。

5.5.4.4参比溶液：加入1滴对硝基苯酚溶液（5.2.18），用氨水（5.2.8）调至黄色出现，再用硫酸（5.2.7）调至黄色褪去并过量2 mL，加水至约50 mL，每加一种试剂均需混匀。加入15 mL还原液（5.2.14），沿瓶口吹一圈水，摇匀，加入5 mL钼酸铵溶液（5.2.11），用水稀释至刻度，混匀。

5.5.4.5分别移取部分溶液（5.5.4.3和5.5.4.4）于1cm吸收皿中，以水为参比，于分光光度计波长650 nm处，测量5.5.4.3显色溶液的吸光度，减去5.5.4.4参比溶液和空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查得相应的硅量。

注2：如果待测试液本身的颜色影响指示剂颜色变化的判断，可以改用PH变色范围相近的指示剂，如溴百里香酚蓝（0.6 g/L乙醇溶液），用氨水（5.2.8）调至蓝色出现，立即用硫酸（5.2.7）调至蓝色褪去并过量2 mL；或者用PH计调至PH值1.5~1.7，加水至约50 mL，以下按试验方法操作。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 工作曲线Ⅰ----硅的质量分数为0.050 %～0.50 %

按表1移取适量镍基体溶液（5.2.15）于一系列100 mL塑料容量瓶中，分别移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL和2.00 mL硅标准溶液(5.2.17)于5个100 mL塑料容量瓶中，混匀。以下按5.5.4.3和5.5.4.5进行。

5.5.5.2 工作曲线Ⅱ----硅的质量分数为>0.50 %～4.20%

按表1移取适量镍基体溶液（5.2.15）于一系列100 mL塑料容量瓶中，分别移取0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL和5.00 mL硅标准溶液(5.2.17)于6个100 mL塑料容量瓶中，混匀。以下按5.5.4.3和5.5.4.4进行。

5.5.5.3 移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中，以水为参比，于分光光度计波长650nm处，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度，以硅含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.6 试验数据的处理（改公式下标）

 硅含量以硅的质量分数*w*Si计，数值以百分数表示，按公式（2）计算：

$w\_{Si}=\frac{m\_{0}∙V\_{3}∙10^{−6}}{m\_{1}∙V\_{4}}×100\%$ ……………………………………（2）

 式中:

 $m\_{0}$—— 自工作曲线上查得的硅量，单位为微克(μg)；

 $V\_{3}$ —— 试液总体积，单位为毫升(mL)；

*V*4 —— 分取试液体积，单位为毫升(mL)；

$m\_{1}$—— 试料的质量，单位为克(g)。

 当*w*Si <1.0%时，计算结果保留两位有效数字， 当*w*Si ≥1.0%时，计算结果保留至小数点后两位。

5.7 精密度

5.7.1重复性

精密度数据是在2022年由18家实验室对硅含量6个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的硅含量在重复性条件下独立测定7次。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测定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*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。测量的原始数据见附录D.2。

1. 表4重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Si /% | 0.051 | 0.25 | 0.72 | 1.33 | 2.91 | 4.13 |
| *r*/% | 0.005 | 0.025 | 0.040 | 0.050 | 0.080 | 0.10 |

5.7.2再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表5数据采用线性内插法或外延法求得。测量的原始数据见附录D.2。

表5再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Si /% | 0.051 | 0.25 | 0.72 | 1.33 | 2.91 | 4.13 |
| *R*/% | 0.006 | 0.045 | 0.050 | 0.090 | 0.16 | 0.18 |

6 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试验对象；

*——* 本文件编号；

*——* 所使用的方法；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——* 试验日期。

附录A

（资料性）

本文件方法1与ISO 7530.8：1992结构编号对照一览表

表A.1给出了本文件方法1 与ISO 7530.8：1992结构编号对照一览表。

表A.1 本文件与ISO 7530.8：1992结构编号对照情况

|  |  |
| --- | --- |
| 本文件结构编号 | ISO 7530.8：1992 结构编号 |
| 1 | 1 |
| 2 | 2 |
| 3 | - |
| 4.1 | 3 |
| 4.2.1 | - |
| 4.2.2 | - |
| 4.2.3 | 4.1 |
| 4.2.4 | - |
| 4.2.5 | - |
| 4.2.6 | - |
| 4.2.7 | 4.2 |
| 4.2.8 | 4.3 |
| 4.2.9 | 4.4 |
| 4.2.10 | 4.5 |
| 4.3 | 5 |
| 4.4 | 6 |
| 4.5.1 | - |
| 4.5.2 | 7.5 |
| 4.5.3 | 7.2 |
| 4.5.4，表1 | 7.1 |
| 4.5.5 |  |
| ~~4.5.6~~ | ~~7.1.1~~ |
| 4.6 | 7.3 |
| 4.7.1 | 7.4.1 |
| 4.7.2 | 7.4.2 |
| 4.8 | 8.1 |
| 4.9 | 8.2 |
| 5 | - |
| 6 | 9 |
| 附录A | - |
| 附录B | - |
| 附录C | 表 1 |

附录B

（资料性）

本文件方法1 与ISO 7530.8：1992技术差异及其原因

表B.1 给出了本文件方法1与ISO7530.8：1992技术差异及其原因一览表。

表B.1 本文件与ISO 7530.8：1992技术差异及其原因

| 本文件结构编号 | 技术差异 | 原因 |
| --- | --- | --- |
| 1 | 测定范围：0.2%～1% 修改为：方法1测定范围：0.2 %～1 %；方法2测定范围：0.05 %～4.2 %。本文件测定范围重叠区间的仲裁方法为方法2。 | 一氧化二氮是一种麻醉性气体，属于国家管制气体，长期接触此类气体可引起贫血及中枢神经系统损害，且在使用过程中易引起爆火现象，现在在行业中应用不普及。考虑到火焰原子吸收光谱法抗干扰性强，对复杂镍合金样品较适用，因此保留该方法。钼蓝光度法测硅已经非常普及了，且现代镍合金品种中有更低或更高含量的硅，因此增加方法2，提高本方法对含硅的镍合金品种的适用性。 |
| 2 | 增加引用国标GB/T 8170，删除原文中引用ISO标准文件 | 增加GB/T 8170是为了适应我国试验技术条件，便于国内实施，没有引用的3项国际标准删除了。 |
| 4.2 | 增加试剂氢氟酸、高氯酸、双氧水。 | 对应试验步骤修改内容 |
| 4.2 | 调整各试剂的顺序。 | 适应我国标准文件编制要求 |
| 4.3.1 | 去掉原文中引用的ISO 7530-1:1990附录A ,在文本中增加了原子吸收光谱仪的性能指标要求 | 适应我国标准文件编制要求 |
| 4.5 | 调整本节内容顺序 | 适合我国标准文件编制要求 |
| 4.5.1 | 将实验室样品改为试料 | 适合我国标准文件编制要求 |
| 4.5.1（？） | 将称样量按表1 减少了 | 1. 目前镍合金生产技术成熟，样品的均匀性较好。
2. 样品量少，易溶解。
 |
| 4.5.4 | 将烧杯改为聚四氟乙烯烧杯 | 考虑到部分样品需用HF才能溶解完全，避免HF腐蚀玻璃烧杯 |
| 4.5.4 | 增加了注1、注2 | 考虑到镍合金样品复杂，一个溶解方案难以保证样品溶解完全，增加多个溶解方案，以适应各个牌号的镍合金溶解需求。 |
| 4.5.5 | 将容量瓶改为塑料容量瓶 | 考虑到测定液中有少量HF存在。 |
| 4.8 | 将结果与表述改为试验数据的处理，公式后增加了数字修约的表述。 | 适应我国标准文件编制要求。 |
| 4.9 | 精密度数据格式修改 | 符合我国标准文件编制要求 |
| 6 | 修改实验报告内容 | 符合我国标准文件编制要求 |
| 附录 |  增加了附录A、B、C、D | 符合我国标准文件编制要求 |

**附录C**

**(资料性）**

表C 方法1试验所用试样的元素成分

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | Al | Co | Cr | Fe | Mn | Ni | Si | Ti |
| 825 | 0.2 | 0.07 | 21 | 30 | 0.7 | 余 | 0.4 | 1.1 |
| 902 | 0.4 | 0.05 | 5 | 48 | 0.4 | 余 | 0.35 | 2.5 |
| 3920 | 0.15 | 2 | 19 | 5 | 0.3 | 余 | 0.6 | 2.3 |
| 3927 | 0.1 | 2 | 20 | 44 | 0.4 | 余 | 0.8 | 0.6 |
| 7013 | 1.5 | 17 | 20 | 0.2 | 0.05 | 余 | 0.7 | 2.4 |
| 7049 | 1 | 0.01 | 15 | 7 | 0.8 | 余 | 0.3 | 2.3 |

附录D

(资料性）

方法2 精密度试验原始数据

方法2精密度数据是在2022年由18家实验室对硅含量的6个不同水平样品进行共同试验确定的，每个实验室对每个水平的硅含量在重复性条件下独立测定7次。精密度试验所用试样组成列于表D.1。精密度试验结果的原始数据见表D.2。

表D.1 方法2 精密度试验用样品信息

|  |  |
| --- | --- |
| 样品编号 | 样品成分/% |
| Al | Co | Cr | Fe | Mo | Ni | Nb | Ti | V | Mn | W | Si |
| 镍合金1# | 0.22 | 0.016 | 33.05 | 0.34 | 7.86 | 58 | 0.005 | 0.010 | 0.03 | 0.28 | 0.23 | 0.05 |
| 镍合金2# | 0.01 |  |  |  |  | 50.3 | 0.001 | 0.010 | 0.022 | 0.47 |  | 0.2 |
| 镍合金3# |  | 0.5 | 0.5 |  | 0.007 | 42 | 0.009 |  | 0.05 | 0.02 | 0.01 | 0.7 |
| 镍合金4# |  | 1.9 | 2.2 |  | 0.3 | 14 | 0.02 |  | 1.7 | 0.1 | 0.09 | 1.3 |
| 镍合金5# |  | 1.5 | 1.1 |  | 0.1 | 25 | 0.02 |  | 1.1 | 0.1 | 0.09 | 2.9 |
| 镍合金6# |  | 0.8 | 0.8 |  | 0.02 | 35 | 0.03 |  | 0.3 | 0.05 | 0.2 | 4.1 |

表D.2 方法2 精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室编号 | 水平数 | *W*Si/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1# | 0.0491 | 0.0535 | 0.0517 | 0.0505 | 0.052 | 0.0524 | 0.0502 |
| 2# | 0.253 | 0.243 | 0.257 | 0.242 | 0.231 | 0.247 | 0.235 |
| 3# | 0.719 | 0.737 | 0.726 | 0.702 | 0.728 | 0.712 | 0.732 |
| 4# | 1.326 | 1.351 | 1.349 | 1.298 | 1.331 | 1.306 | 1.328 |
| 5# | 2.928 | 2.932 | 2.926 | 2.906 | 2.958 | 2.951 | 2.971 |
| 6# | 4.164 | 4.184 | 4.197 | 4.151 | 4.13 | 4.127 | 4.158 |
| 2 | 1# | 0.052 | 0.049 | 0.053 | 0.050 | 0.051 | 0.049 | 0.054 |
| 2# | 0.24 | 0.25 | 0.26 | 0.24 | 0.25 | 0.24 | 0.27 |
| 3# | 0.72 | 0.73 | 0.75 | 0.72 | 0.74 | 0.71 | 0.77 |
| 4# | 1.36 | 1.33 | 1.32 | 1.34 | 1.30 | 1.34 | 1.37 |
| 5# | 2.95 | 2.87 | 2.91 | 2.93 | 2.96 | 2.89 | 2.94 |
| 6# | 4.09 | 4.15 | 4.14 | 4.19 | 4.10 | 4.13 | 4.16 |
| 3 | 1# | 0.0560 | 0.0542 | 0.0543 | 0.0555 | 0.053 | 0.0561 | 0.0555 |
| 2# | 0.248 | 0.249 | 0.251 | 0.249 | 0.243 | 0.243 | 0.247 |
| 3# | 0.715 | 0.705 | 0.706 | 0.713 | 0.705 | 0.714 | 0.703 |
| 4# | 1.317 | 1.329 | 1.319 | 1.319 | 1.325 | 1.32 | 1.326 |
| 5# | 2.909 | 2.895 | 2.886 | 2.906 | 2.908 | 2.905 | 2.882 |
|  | 6# | 4.147 | 4.238 | 4.163 | 4.15 | 4.189 | 4.154 | 4.172 |
| 4 | 1# | 0.0516 | 0.054 | 0.0500 | 0.0524 | 0.0489 | 0.0492 | 0.0547 |
| 2# | 0.260 | 0.272 | 0.269 | 0.270 | 0.262 | 0.275 | 0.259 |
| 3# | 0.723 | 0.733 | 0.735 | 0.700 | 0.733 | 0.741 | 0.708 |
| 4# | 1.306 | 1.323 | 1.311 | 1.297 | 1.292 | 1.285 | 1.294 |
| 5# | 2.779 | 2.771 | 2.748 | 2.740 | 2.748 | 2.88 | 2.896 |
| 6# | 4.046 | 4.018 | 4.071 | 3.993 | 3.946 | 3.914 | 4.075 |
| 5 | 1# | 0.0541 | 0.0533 | 0.0510 | 0.0504 | 0.052 | 0.0511 | 0.0506 |
| 2# | 0.239 | 0.251 | 0.251 | 0.263 | 0.258 | 0.241 | 0.251 |
| 3# | 0.705 | 0.734 | 0.706 | 0.730 | 0.707 | 0.724 | 0.712 |
| 4# | 1.319 | 1.307 | 1.311 | 1.304 | 1.334 | 1.322 | 1.305 |
| 5# | 2.921 | 2.966 | 2.936 | 2.953 | 2.903 | 2.908 | 2.918 |
| 6# | 4.167 | 4.121 | 4.175 | 4.128 | 4.169 | 4.131 | 4.123 |
| 6 | 1# | 0.0512 | 0.0492 | 0.0502 | 0.0492 | 0.0522 | 0.0502 | 0.0492 |
| 2# | 0.247 | 0.237 | 0.247 | 0.247 | 0.247 | 0.258 | 0.237 |
| 3# | 0.724 | 0.745 | 0.724 | 0.745 | 0.724 | 0.714 | 0.714 |
| 4# | 1.333 | 1.323 | 1.313 | 1.364 | 1.354 | 1.364 | 1.354 |
| 5# | 2.970 | 2.960 | 2.980 | 2.990 | 2.960 | 2.939 | 2.970 |
| 6# | 4.190 | 4.180 | 4.180 | 4.170 | 4.170 | 4.200 | 4.170 |
| 7 | 1# | 0.051 | 0.0501 | 0.0519 | 0.0531 | 0.0488 | 0.0507 | 0.0549 |
| 2# | 0.258 | 0.262 | 0.248 | 0.251 | 0.270 | 0.245 | 0.259 |
| 3# | 0.741 | 0.715 | 0.706 | 0.748 | 0.737 | 0.729 | 0.732 |
| 4# | 1.324 | 1.355 | 1.335 | 1.320 | 1.343 | 1.351 | 1.336 |
| 5# | 2.958 | 2.929 | 2.948 | 2.906 | 2.917 | 2.896 | 2.954 |
| 6# | 4.109 | 4.126 | 4.158 | 4.118 | 4.139 | 4.167 | 4.174 |
| 8 | 1# | 0.0569 | 0.0506 | 0.0504 | 0.0551 | 0.054 | 0.0554 | 0.0558 |
| 2# | 0.304 | 0.303 | 0.296 | 0.274 | 0.277 | 0.278 | 0.272 |
| 3# | 0.732 | 0.732 | 0.681 | 0.673 | 0.688 | 0.690 | 0.705 |
| 4# | 1.388 | 1.361 | 1.354 | 1.392 | 1.372 | 1.369 | 1.383 |
| 5# | 2.876 | 2.853 | 2.839 | 2.800 | 2.779 | 2.817 | 2.785 |
| 6# | 4.009 | 4.004 | 4.027 | 4.050 | 4.113 | 4.108 | 4.061 |
| 9 | 1# | 0.0534 | 0.0509 | 0.0549 | 0.0513 | 0.0542 | 0.0526 | 0.0511 |
| 2# | 0.251 | 0.240 | 0.258 | 0.233 | 0.237 | 0.243 | 0.249 |
| 3# | 0.734 | 0.708 | 0.715 | 0.711 | 0.731 | 0.726 | 0.719 |
| 4# | 1.326 | 1.348 | 1.309 | 1.321 | 1.325 | 1.331 | 1.307 |
| 5# | 2.920 | 2.899 | 2.923 | 2.915 | 2.917 | 2.897 | 2.908 |
| 6# | 4.075 | 4.105 | 4.099 | 4.085 | 4.073 | 4.103 | 4.087 |
| 10 | 1# | 0.051 | 0.0522 | 0.0515 | 0.0490 | 0.0489 | 0.0522 | 0.0515 |
| 2# | 0.237 | 0.257 | 0.237 | 0.252 | 0.254 | 0.235 | 0.239 |
| 3# | 0.762 | 0.749 | 0.742 | 0.740 | 0.728 | 0.759 | 0.739 |
| 4# | 1.396 | 1.411 | 1.383 | 1.382 | 1.417 | 1.405 | 1.391 |
| 5# | 2.916 | 2.911 | 2.901 | 2.967 | 2.909 | 2.929 | 2.944 |
| 6# | 4.152 | 4.14 | 4.124 | 4.176 | 4.166 | 4.131 | 4.165 |
| 11 | 1# | 0.0504 | 0.0521 | 0.0527 | 0.0495 | 0.051 | 0.0534 | 0.0507 |
| 2# | 0.247 | 0.250 | 0.261 | 0.245 | 0.253 | 0.257 | 0.248 |
| 3# | 0.746 | 0.693 | 0.719 | 0.712 | 0.730 | 0.729 | 0.731 |
| 4# | 1.306 | 1.399 | 1.354 | 1.336 | 1.325 | 1.354 | 1.346 |
| 5# | 2.938 | 2.909 | 2.915 | 2.896 | 2.940 | 2.931 | 2.917 |
| 6# | 4.085 | 4.063 | 4.117 | 4.12 | 4.213 | 4.182 | 4.168 |
| 12 | 1# | 0.0481 | 0.0500 | 0.0496 | 0.0502 | 0.0527 | 0.0485 | 0.0527 |
| 2# | 0.234 | 0.251 | 0.248 | 0.256 | 0.243 | 0.243 | 0.235 |
| 3# | 0.701 | 0.715 | 0.704 | 0.719 | 0.703 | 0.716 | 0.714 |
| 4# | 1.324 | 1.344 | 1.340 | 1.307 | 1.324 | 1.309 | 1.304 |
| 5# | 2.892 | 2.89 | 2.891 | 2.904 | 2.916 | 2.945 | 2.897 |
| 6# | 4.090 | 4.103 | 4.086 | 4.096 | 4.147 | 4.126 | 4.099 |
| 13 | 1# | 0.0482 | 0.0519 | 0.0522 | 0.0548 | 0.0496 | 0.0509 | 0.0537 |
| 2# | 0.267 | 0.284 | 0.275 | 0.269 | 0.253 | 0.251 | 0.253 |
| 3# | 0.777 | 0.742 | 0.732 | 0.724 | 0.751 | 0.761 | 0.723 |
| 4# | 1.355 | 1.311 | 1.368 | 1.336 | 1.364 | 1.346 | 1.382 |
| 5# | 2.998 | 2.886 | 2.917 | 2.953 | 2.974 | 2.891 | 2.977 |
| 6# | 4.038 | 4.12 | 4.088 | 4.119 | 4.122 | 4.049 | 4.087 |
| 14 | 1# | 0.0473 | 0.0459 | 0.0492 | 0.0447 | 0.0452 | 0.0486 | 0.0461 |
| 2# | 0.254 | 0.256 | 0.262 | 0.236 | 0.247 | 0.242 | 0.241 |
| 3# | 0.704 | 0.713 | 0.729 | 0.712 | 0.722 | 0.705 | 0.734 |
| 4# | 1.284 | 1.322 | 1.256 | 1.297 | 1.314 | 1.286 | 1.303 |
| 5# | 2.926 | 2.942 | 2.978 | 2.937 | 2.962 | 2.916 | 2.944 |
|  | 6# | 4.224 | 4.205 | 4.239 | 4.196 | 4.135 | 4.216 | 4.211 |
| 15 | 1# | 0.0528 | 0.0539 | 0.0547 | 0.0518 | 0.0531 | 0.0528 | 0.0533 |
| 2# | 0.248 | 0.236 | 0.254 | 0.241 | 0.239 | 0.242 | 0.237 |
| 3# | 0.728 | 0.701 | 0.712 | 0.729 | 0.741 | 0.732 | 0.728 |
| 4# | 1.325 | 1.305 | 1.358 | 1.326 | 1.362 | 1.317 | 1.324 |
| 5# | 2.935 | 2.897 | 2.922 | 2.914 | 2.875 | 2.935 | 2.942 |
| 6# | 4.089 | 4.093 | 4.082 | 4.101 | 4.075 | 4.066 | 4.078 |
| 16 | 1# | 0.0451 | 0.0455 | 0.0437 | 0.0405 | 0.042 | 0.0424 | 0.0432 |
| 2# | 0.258 | 0.256 | 0.247 | 0.252 | 0.261 | 0.266 | 0.255 |
| 3# | 0.729 | 0.732 | 0.724 | 0.712 | 0.728 | 0.722 | 0.735 |
| 4# | 1.289 | 1.291 | 1.268 | 1.298 | 1.308 | 1.316 | 1.308 |
| 5# | 2.878 | 2.882 | 2.716 | 2.920 | 2.918 | 2.932 | 2.923 |
| 6# | 4.194 | 4.164 | 4.137 | 4.158 | 4.16 | 4.129 | 4.164 |
| 17 | 1# | 0.0498 | 0.0512 | 0.0508 | 0.0520 | 0.0531 | 0.0516 | 0.0510 |
| 2# | 0.250 | 0.253 | 0.248 | 0.236 | 0.252 | 0.241 | 0.245 |
| 3# | 0.730 | 0.716 | 0.723 | 0.719 | 0.707 | 0.738 | 0.729 |
| 4# | 1.332 | 1.347 | 1.339 | 1.342 | 1.352 | 1.326 | 1.330 |
| 5# | 2.909 | 2.918 | 2.925 | 2.942 | 2.913 | 2.952 | 2.960 |
| 6# | 4.150 | 4.128 | 4.191 | 4.150 | 4.137 | 4.178 | 4.169 |
| 18 | 1# | 0.0492 | 0.0537 | 0.0542 | 0.0521 | 0.0518 | 0.0544 | 0.0518 |
| 2# | 0.258 | 0.259 | 0.254 | 0.244 | 0.249 | 0.259 | 0.259 |
| 3# | 0.753 | 0.731 | 0.735 | 0.742 | 0.747 | 0.755 | 0.732 |
| 4# | 1.386 | 1.385 | 1.421 | 1.420 | 1.389 | 1.391 | 1.447 |
| 5# | 2.973 | 2.898 | 2.929 | 2.911 | 2.914 | 2.953 | 2.900 |
| 6# | 4.012 | 3.915 | 3.987 | 4.003 | 3.891 | 3.991 | 3.886 |