

铁铬铝合金化学分析方法
氢氧化钠分离—整合滴定法测定铝量

JB/T 9548.8—1999

代替 ZB K14 003.8—88

Methods for chemical analysis of iron-chromium-aluminium alloys
Sodium hydroxide separation-complex titration
method for the determination of aluminium content

1 范围

本标准规定了氢氧化钠分离—整合滴定法测定铁铬铝合金中铝量的方法。

本标准适用于铁铬铝合金中酸溶性铝量的测定。测定范围：3.00%~8.00%。

2 方法提要

试料用酸溶解后，在用氢氧化钠分离铝的滤液中加入过量的 EDTA，在 pH 5.5 以 PAN 为指示剂，用铜标准溶液回滴过量的 EDTA 后，加入氟化铵释放与铝整合的 EDTA，再用铜标准溶液滴定。

3 试剂

3.1 氢氧化钠。

3.2 盐酸—硝酸混合酸：盐酸（密度 ρ 1.19 g/ml）+硝酸（密度 ρ 1.42 g/ml）+水（1+1+1）。

3.3 氢氧化铵（1+1）

3.4 盐酸（1+1）。

3.5 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液：0.02000 mol/L 称取 7.4448 g EDTA，置于烧杯中，用水溶解后，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮于塑料瓶中。

3.6 乙酸—乙酸钠缓冲溶液（pH5.5）：称取 123 g 乙酸钠（ $\text{NaAC} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）溶于 800 ml 水中，加入 6 ml 冰乙酸（密度 ρ 1.05 g/ml）用水稀释至 1000 ml，混匀。

3.7 氟化铵溶液：（20 g/L）。

3.8 铜标准溶液：（0.01 mol/L）。

3.8.1 配制：称取 0.6355 g 电解铜（99.9%以上）置于 125 ml 三角烧杯中，盖上表面皿，以少量硝酸（1+1）溶解并蒸发近干，加水溶解盐类，用氢氧化铵（3.3）和盐酸（3.4）调节至 pH5 左右，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.8.2 标定：称取 0.2000 g 纯铝（纯度大于 99.9%）置于 250 ml 塑料烧杯中，加 2 g 氢氧化钠（3.1），5 ml 水，水浴加热溶解后，用盐酸（3.4）酸化并过量 5 ml，冷却，移入 200 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取 20.00 ml 铝溶液（相当 20 mg 铝）置于 250 ml 三角烧杯中，补加 0.350 g 还原铁粉，以下按 4.2.1~4.2.2 进行。

按式（1）计算每毫升铜标准溶液相当铝的质量，g/ml。

国家机械工业局 1999-08-06 批准

2000-01-01 实施

$$C=\frac{m \cdot V_1}{V \cdot V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：m——移取纯铝的质量，g；
V₁——沉淀后移取滤液的体积，ml；
V——沉淀的总体积，ml；
V₂——第二次滴定消耗铜标准溶液的体积，ml。

3.9 溴甲酚绿指示剂溶液（1 g/L）：称取 0.1 g 试剂，置于 100 ml 烧杯中，再加入 0.1 g 氢氧化钠（3.1），加入 100 ml 水，搅拌溶解。

3.10 1—（2—吡啶偶氮）—2 萘酚（PAN）指示剂溶液（1 g/L）：0.1 g 试剂溶于 100 ml 乙醇。

4 分析步骤

4.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.0001 g。

表 1

铝 含 量 %	称取试料质量 g
3.00~5.50	0.5000
>5.50~8.00	0.3000

4.2 测定

4.2.1 将试料置于 250 ml 三角烧杯中，加入 15 ml 混合酸（3.2），加热溶解并蒸发近干，加 100 ml 水，加热近沸，取下，分次加入 6 g 固体氢氧化钠（3.1），待激烈反应停止后，充分摇动烧杯，冷却至室温后，移入 250 ml 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀，干滤，移取 50.00 ml 滤液于 250 ml 三角烧杯中，预加 12.0 ml EDTA 溶液（3.5），加一滴溴甲酚绿指示剂溶液（3.9），用盐酸（3.4）中和至溶液由蓝色变黄色，再滴入氢氧化铵（3.3）至恰呈蓝色，加 15 ml 乙酸—乙酸钠溶液（3.6），煮沸 2 min，滴加 4~5 滴 PAN 指示剂溶液（3.10），用铜标准溶液（3.8）滴定至溶液呈淡紫红色（不计读数）。

4.2.2 加入 10 ml 氟化铵溶液（3.7），煮沸 1~2 min，补加 5~6 滴 PAN 指示剂溶液（3.10），继续用铜标准溶液（3.8）滴定至溶液由黄绿色转变为蓝紫色为终点。

5 分析结果的计算

按式（2）计算铝的百分含量：

$$Al(\%) = \frac{C \cdot V_3 \cdot V_4}{m \cdot V_5} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：C——每毫升铜标准溶液相当铝的质量，g/ml；
V₃——试料溶液沉淀的总体积，ml；
V₄——第二次滴定试料溶液消耗铜标准溶液体积，ml；
V₅——沉淀后移取滤液的体积，ml；
m——试料的质量，g。

6 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

%

铝 含 量	允 许 差
3.00~5.50	0.12
>5.50~8.00	0.20

www.bzxz.net

免费标准下载网