

镍铬合金化学分析方法
磺基水杨酸光度法测定铁量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬合金用磺基水杨酸光度法测定铁量的方法。

本标准适用于镍铬合金中铁量的测定。测定范围:0.10%~1.00%。

2 引用标准

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定。

3 方法提要

试样用混合酸溶解后,用氢氧化铵与硫酸调节酸度,加磺基水杨酸使铁显色,测量其吸光度。

4 试剂与仪器

4.1 盐酸(密度 ρ 1.19 g/ml)。

4.2 硝酸(密度 ρ 1.42 g/ml)。

4.3 硫酸(密度 ρ 1.84 g/ml)。

4.4 氢氧化铵(密度 ρ 0.90 g/ml)。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 盐酸—硝酸混合酸:盐酸(4.1)+硝酸(4.2)(1+1)

4.7 硫酸(1+10)。

4.8 硫酸(1+20)。

4.9 氢氧化铵(1+1)。

4.10 氢氧化铵(1+10)。

4.11 磺基水杨酸溶液(100 g/L):将10 g 磺基水杨酸溶解于100 ml 水中,用氢氧化铵(4.9)和(4.10)在酸度计上调到 pH2.2。

4.12 铁标准溶液。

4.12.1 称取纯铁(99.9%以上)1.000 g 于250 ml 烧杯中,加入20 ml 硝酸(4.5)溶解,驱除氮氧化物,移入1000 ml 容量瓶中。用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 ml 含1.00 mg 铁。

4.12.2 移取10.00 ml 铁标准溶液(4.12.1)置于100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 ml 含100 μ g 铁。

4.12.3 移取20.00 ml 铁标准溶液(4.12.1)置于100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 ml 含200 μ g 铁。

4.13 酸度计

5 分析步骤

5.1 试样量

称取试样 0.1000 g 两份。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验

5.3 测定

5.3.1 将试样分别置于 100 ml 烧杯中, 加入 5~10 ml 盐酸—硝酸混合酸(4.6)盖上表面皿低温加热溶解取下, 加 30 ml 水, 在酸度计上用氢氧化铵(4.9, 4.10)和硫酸(4.7, 4.8)调节到 pH2.2。一份作显色溶液, 另一份作参比溶液。

5.3.2 显色溶液: 加 5 ml 氨基水杨酸(4.11), 移入 100 ml 容量瓶中用水稀释至刻度, 混匀。

5.3.3 参比溶液: 将另一份(5.3.1)溶液移入 100 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

5.3.4 将上述溶液移入 2 cm 或 3 cm 比色皿中, 以参比溶液为参比于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度, 减去试剂空白的吸光度, 从工作曲线上查出相应的铁量。

5.4 工作曲线的绘制

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 铁标准溶液(4.12.2 或 4.12.3), 分别置于 6 个 100 ml 烧杯中, 以下按 5.3.1~5.3.4 条进行, 以不加铁标准溶液的显色溶液为参比溶液, 测量其吸光度。绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}\% = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铁量, g;

m ——试样量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

表		%
铁含量	允许差	
0.10~0.50	0.03	
>0.50~1.00	0.05	

附加说明:

本标准由机械电子工业部上海电器科学研究所提出并归口。

本标准由冶金工业部大连钢厂精密合金研究所起草。

本标准主要起草人王莲芝。