

镍铬合金化学分析方法  
铬天青 S 光度法测定铝量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬合金用铬天青 S 光度法测定铝量

本标准适用于镍铬合金中铝量的测定。测定范围:0.050%~0.500%。

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,高氯酸冒烟,使铬氧化至六价,高价铬的存在不影响铝的测定。

用 CyDTA—Zn、甘露醇共同掩蔽铜、铁、钛,在 pH5.7 的条件下,用铬天青 S 显色,测量其吸光度。

基体元素镍对铝的显色有抑制作用,并有一定背景吸收,用相同的镍量打底制作工作曲线以抵消影响。

4 试剂

4.1 氢氧化钠。

4.2 氧化锌。

4.3 盐酸(密度  $\rho$ 1.19 g/ml)。

4.4 硝酸(密度  $\rho$ 1.42 g/ml)。

4.5 高氯酸(密度  $\rho$ 1.67 g/ml)。

4.6 氢氧化铵(密度  $\rho$ 0.90 g/ml)。

4.7 硝酸(1+1)。

4.8 盐酸—硝酸混合酸:盐酸(4.3)+硝酸(4.4)(1+1)。

4.9 盐酸(1+1)。

4.10 盐酸(1 mol/L)。

4.11 氢氧化铵(1+4)。

4.12 环己烷二胺四乙酸—锌溶液(以下简称 CyDTA—Zn)(0.1 mol/L):称取 8.5 g 氧化锌(4.2),溶于 35 ml 盐酸(4.9)中,另称取 34.6 g CyDTA 置于 400 ml 烧杯中,加 200 ml 水,加热,滴加氢氧化铵(4.11)至恰溶解。将两溶液合并混匀并调节其酸度至 pH5.5 左右,移入容量瓶中,稀释至 1000 ml,混匀。

4.13 甘露醇溶液(50 g/L)。

4.14 六次甲基四胺缓冲溶液(pH5.7):称取 30 g 六次甲基四胺,加水溶解,加入 4 ml 盐酸(4.3),稀释至 100 ml。

4.15 氟化铵溶液(5 g/L):贮存于塑料瓶中。

4.16 铬天青 S 溶液(1 g/L)。

4.17 镍溶液:称取 0.100 g 纯镍(含铝小于 0.001%),用 5 ml 硝酸(4.7)溶解,驱除黄烟,移入 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度混匀,此溶液 1 ml 含 1 mg 镍。

4.18 铝标准溶液:称取 0.1000 g 纯铝(纯度 99.9%以上),置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 1 g 氢氧化钠(4.1),5ml 水,加热至溶解完全。加入盐酸(4.3)酸化并过量 8 ml,移入于 1000 ml 容量瓶中,加水至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 0.10 mg 铝。

4.18.1 移取 2.00 ml 铝标准溶液(4.18)于 100 ml 容量瓶中,加 10 滴盐酸(4.9)加水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 ml 含 2  $\mu$ g 铝。

4.18.2 移取 5.00 ml 铝标准溶液(4.18)于 100 ml 容量瓶中加 10 滴盐酸(4.9)加水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 ml 含 5  $\mu$ g 铝。

4.19 甲基橙溶液:(1 g/L)

## 5 分析步骤

### 5.1 试样量

称取试样 0.1000 g。

### 5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 将试样置于 125 ml 三角烧杯中,加入 10 ml 盐酸—硝酸混合酸(4.8),低温加热,待样品溶解完毕,加入 3 ml 高氯酸(4.5)冒烟至铬氧化成六价,再保持 1~2 min,冷却,加水溶解盐类,将溶液与析出硅酸一并移入 100 ml 容量中稀释至刻度,混匀。

5.3.2 分别移取试样上层澄清溶液和空白试验溶液(5.2)5 ml 各 2 份,一份加入氟化铵溶液(4.15)作参比溶液,另一份作显色溶液。

5.3.3 加入一滴甲基橙溶液(4.19)用氢氧化铵(4.11)调至溶液呈黄色,立即用盐酸(4.10)调至复呈红色,用移液管按表 1 顺序加入除氟化铵以外试剂。(每加入试剂后必须充分混匀);以水稀释至刻度,混匀。放置 20 min (室温在 30℃以上需逐只显色)测量其吸光度。

5.3.4 根据铝含量高低选用 2 cm 或 3 cm 的比色皿在分光光度计波长 560 nm 处对参比溶液测量其吸光度,减去试剂空白的吸光度后,在相应的工作曲线上查得试样含铝量。

表 1

试 剂 名 称	试 剂 加 入 量 ml			
	参 比 溶 液		显 色 溶 液	
	50 ml 显色	100 ml 显色	50 ml 显色	100 ml 显色
氟化铵(4.15)	2 滴	5 滴		
盐酸(4.10)	1.0	2.0	1.0	2.0
CyDTA—Zn(4.12)	5	5	5	5
甘露醇(4.13)	5	5	5	5
铬天青 S(4.16)	2.50	5.00	2.5	5.0
缓冲溶液(4.14)	5	1.0	5	10

### 5.4 工作曲线的绘制

移取与试样相同镍量的镍溶液(4.17)6 份,分别置于 6 个容量瓶中,根据试样的含铝量按表 2 加入相应浓度的铝标准溶液(4.18.1 或 4.18.2)0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml。以下按 5.3.3~

5.3.4 条进行。以不加铝标准溶液的显色液为参比溶液，测量其吸光度。绘制工作曲线。

表 2

显 色 条 件	含 铝 量 %	
	0.50~0.20	0.20~0.50
铝标准液 μg/ml	2	5
发色体积 ml	50	100
比色皿 cm	3	2

## 6 分析结果的计算

按下式计算铝的百分含量

$$AL(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中： $m_1$ ——从工作曲线上查得的铝量，g；

$V$ ——试液总体积，ml；

$V_1$ ——分取试液体积，ml；

$m$ ——称样量，g。

## 7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

铝 含 量	允 许 差 %
0.050~0.100	0.020
>0.100~0.500	0.300

### 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。

本标准由机械电子工业部上海材料研究所起草。

本标准主要起草人范菊芬。