

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法  
铬天青 S 光度法测定铝量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬及镍铬铁合金用铬天青 S 光度法测定铝量的方法。

本标准适用于镍铬及镍铬铁合金中铝量的测定。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，使铬氧化至六价并以氯化铬酰形式挥发去除，残存的铬不影响铝的测定。

用抗坏血酸还原铁，二价铁不影响铝的测定。pH5.7 的条件下，用铬天青 S 显色，测量其吸光度。

基体元素对铝的显色有抑制作用，并有一定的背景吸收，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 盐酸(密度  $\rho$ 1.19 g/ml)。

4.3 硝酸(密度  $\rho$ 1.42 g/ml)。

4.4 高氯酸(密度  $\rho$ 1.67 g/ml)。

4.5 氢氧化铵(密度  $\rho$ 0.90 g/ml)。

4.6 盐酸—硝酸混合酸：盐酸(4.2)+硝酸(4.3)(1+1)。

4.7 盐酸(1+1)。

4.8 盐酸(1 mol/L)。

4.9 硝酸(1+1)。

4.10 氢氧化铵(1+4)。

4.11 抗坏血酸溶液(10 g/L)。

4.12 六次甲基四胺缓冲溶液(300 g/L)。贮存于塑料瓶中。

4.13 氯化铵溶液(5 g/L)。贮存于塑料瓶中。

4.14 铬天青 S(0.5 g/L)。

4.15 镍溶液：称取 0.100 g 纯镍(含铝小于 0.001%)，用 5 ml 硝酸(4.9)加热溶解，驱除氮氧化物，移入 100 ml 容量瓶中，稀释至刻度。混匀，此溶液 1 ml 含 1 mg 镍。

4.16 铝标准溶液：称取 0.1000 g 纯铝(99.9%以上)置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 1 g 氢氧化钠(4.1)，5 ml 水，加热至纯铝溶解完全。加入盐酸(4.2)酸化并过量 8 ml，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻

度,混匀。此溶液1 ml含0.10 mg铝。

4.16.1 移取2.00 ml铝标准溶液(4.16)于100 ml容量瓶中,加10滴盐酸(4.7),加水稀释至刻度,混匀,此溶液1 ml含2  $\mu$ g铝。

4.16.2 移取5.00 ml铝标准溶液(4.16)于100 ml容量瓶中,加10滴盐酸(4.7),加水稀释至刻度,混匀,此溶液1 ml含5  $\mu$ g铝。

4.17 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5 ml盐酸—硝酸混合酸(4.6),低温加热,待试样溶解完毕,加入5 ml高氯酸(4.4)冒烟至铬氧化成六价,加盐酸(4.2)数滴挥铬。反复多次,直至不再冒出黄棕色气体为止,冷却,加水溶解盐类。将溶液与析出的硅酸一并带橡皮头的玻璃棒移入100 ml容量瓶中稀释至刻度混匀。

5.3.2 分别移取试样上层澄清溶液和空白的试验溶液(5.2),5 ml各二份,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1滴甲基橙溶液(4.17)。用氢氧化铵(4.10)调至溶液恰呈黄色,立即用盐酸(4.8)调至呈红色。用移液管按表1顺序加入除氟化铵以外的试剂。(每加入一份试剂后必须充分混匀)。以水稀释至刻度,混匀。温度在30℃左右时,要在2~3 min内读测完毕。在20℃左右时放置5~10 min;在10℃左右时放置20 min。

5.3.4 根据铝含量的高低选用1 cm或2 cm比色皿在分光光度计波长550 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	加入试剂量 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(4.13)	2滴	5滴	—	—	—
盐酸(4.8)	2.0	4.0	2.0	4.0	—
抗坏血酸(4.11)	1.5	1.5	1.5	1.5	加入抗坏血酸以前 须冲洗瓶颈处粘着 的试液。
格天青(4.14)	2.5	5.0	2.5	5.0	—
缓冲溶液(4.12)	5	10	5	10	—

### 5.4 工作曲线的绘制

移取与试样相同镍量的镍溶液(4.15)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(4.16.1或4.16.2)0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml。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 %	
	0.050~0.20	0.20~0.50
铝标准溶液 μg/ml	2	5
发色体积 ml	50	100
比色皿 cm	2	1

## 6 分析结果计算

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
>0.10~0.500	0.030

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。