

中华人民共和国国家标准

电真空用锆粉化学分析方法  
铬天青S光度法测定铝

UDC 669.296-492  
.2:543.42  
:546.621  
GB 3256.6-82

Chemical analysis of zirconium powder  
for electro-vacuum uses  
The chrome azurol S photometric method  
for determination of aluminium

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。  
本标准适用于电真空用锆粉中铝量的测定。测定范围：0.01~0.10%。

1 方法提要

试样用硫酸及硫酸铵溶解，在盐酸介质中以铜铁试剂分离锆、铁等干扰元素。用硝酸破坏有机物、Zn-EDTA掩蔽残余铁，以六次甲基四胺作缓冲剂，使铝与铬天青S生成紫红色络合物，于分光光度计550nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硫酸铵。

2.2 硫酸（比重1.84）。

2.3 盐酸（比重1.19）。

2.4 盐酸（1+1）。

2.5 盐酸（5+95）。

2.6 硝酸（比重1.42）。

2.7 氨水（比重0.90）。

2.8 氨水（1+1）。

2.9 氢氧化钠溶液（20%）：贮存于聚乙烯瓶中。

2.10 铜铁试剂溶液（10%）：用时现配。

2.11 铬天青S溶液（0.05%）：称取0.2克铬天青S，加入300毫升乙醇及100毫升水溶解。

2.12 六次甲基四胺溶液（40%）。

2.13 Zn-EDTA溶液：

2.13.1 称取16.3克无水氯化锌，加入200毫升水溶解，另称取37.2克乙二胺四乙酸二钠(EDTA)，加入700毫升水及15毫升氨水（2.7）溶解。在不断搅拌下注入氯化锌溶液，用盐酸（2.4）和氨水（2.8）调节至pH4~5。移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.13.2 移取10毫升Zn-EDTA溶液（2.13.1）置于100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.14 铝标准溶液：

2.14.1 称取0.1000克纯铝置于250毫升聚乙烯杯中，加入10毫升氢氧化钠溶液（2.9），置于水浴中加热溶解。加入100毫升水，用盐酸（2.4）酸化并过量5毫升。移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含100微克铝。

2.14.2 移取10.00毫升铝标准溶液（2.14.1），置于500毫升容量瓶中，加入2毫升盐酸（2.4），用

水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含2微克铝。

### 3 分析步骤

3.1 称取0.2000克试样置于100毫升烧杯中。随同试样做空白。

3.2 加入2毫升硫酸(2.2)和1克硫酸铵(2.1)，盖上表面皿，加热至试样溶解。取下冷却，加入20~30毫升水、10毫升盐酸(2.3)，加热溶解盐类。取下冷却至20℃以下。

3.3 在不断摇动下加入25毫升铜铁试剂溶液(2.10)，移入100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。过滤，弃去最初滤液。

3.4 根据含铝量移取5.00~10.00毫升试液(3.3)，置于50毫升烧杯中，加入5毫升硝酸(2.6)，置于低温电炉上加热，使铜铁试剂分解并蒸发至冒硫酸浓烟。取下，趁热滴加5滴硝酸(2.6)，加热至冒硫酸浓烟，如此重复操作，直至溶液无色并蒸发至近干。取下稍冷，用水吹洗杯壁，再蒸发至硫酸烟驱尽。

3.5 取下稍冷，加入5.0毫升盐酸(2.5)，低温加热溶解盐类，取下冷却至室温。将溶液移入50毫升容量瓶中。

3.6 加入1.0毫升Zn—EDTA溶液(2.13.2)，混匀。加入5.0毫升铬天青S溶液(2.11)，混匀，再加入10.0毫升六次甲基四胺溶液(2.12)，用水稀释至刻度，混匀。

3.7 放置20分钟。将部分显色液移入1厘米比色皿中，以绘制工作曲线的试剂空白为参比，于分光光度计550nm处测量其吸光度，从工作曲线上分别查出试样和随同试样空白相应的铝量。

### 4 工作曲线的绘制

移取0.00、1.00、2.00、3.00、5.00、7.00毫升铝标准溶液(2.14.2)，分别置于一组50毫升容量瓶中，加入20毫升水、5.0毫升盐酸(2.5)。以下从分析步骤3.6条开始进行。以试剂空白为参比，测量其吸光度。以铝量为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

注：按本条件制作的工作曲线，一般不通过原点，但不影响使用。

### 5 分析结果的计算

按下式计算铝的百分含量：

$$Al(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： $m_1$ ——从工作曲线上查得的铝量，克；

$m_2$ ——从工作曲线上查得的随同试样空白的铝量，克；

$V_1$ ——分取试液体积，毫升；

$V$ ——试液总体积，毫升；

$m$ ——称样量，克。

### 6 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。

		%	
含 铝 量	允 许 差	含 铝 量	允 许 差
0.010~0.040	0.004	>0.060~0.080	0.008
>0.040~0.060	0.006	>0.080~0.100	0.010

**附加说明:**

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准主要起草人陈利锐、黄桂兰。