



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.9—2000

钢铁及合金化学分析方法 铬天青 S 光度法测定铝含量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The chrom azurol S photometric method for
the determination of aluminium content

2000-04-11 发布

2000-11-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 223.9—1989《钢铁及合金化学分析方法 铬天青 S 光度法测定铝量》的修订。

本标准此次修订,增加了“1 前言”、“2 引用标准”、“5 仪器与设备”、“6 取制样”和“10 试验报告”等章节及内容并对下列条文进行了修改:

- 原 1,现 1(修改本章名称及内容);
- 原 3,现 4(修改本章名称及增加说明内容);
- 原 4.1,现 7.1(修改称取试料量表示);
- 原 4.3.2.1,现 7.3.2.1(修改控制高氯酸量的操作);
- 原 4.3.2.2,现 7.3.2.2(修改控制高氯酸量的操作);
- 原 4.2,现 7.2(修改空白试验的操作方法);
- 原 4.3.3,现 7.3.3(修改过滤操作);
- 原 5,现 8(修改结果计算式及式中量的说明)。

GB/T 223 在《钢铁及合金化学分析方法》总标题下,包括若干独立部分,本标准为第 9 部分。自本标准实施之日起,代替 GB/T 223.9—1989《钢铁及合金化学分析方法 铬天青 S 光度法测定铝量》。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:北京钢铁研究总院。

本标准参加起草单位:大冶钢厂。

本标准主要起草人:崔秋红、涂仁杰、田 玲、陈志飞。

本标准 1982 年 7 月首次发布,1989 年 3 月第一次修订。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 铬天青 S 光度法测定铝含量

GB/T 223.9—2000

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The chrom azurol S photometric method for
the determination of aluminium content

代替 GB 223.9—1989

1 范围

本标准规定了用铬天青 S 光度法测定酸溶铝含量。

本标准适用于钢铁及合金中 0.050% (m/m)~1.00% (m/m) 铝含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 222—1984 钢的化学分析用试样取样法及成品化学成分允许偏差

GB/T 6379—1986 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法提要

试料用酸溶解后,在 pH5.3~5.9 弱酸性介质中,铝与铬天青 S 生成紫红色络合物,测量其吸光度。

在显色液中含 100 μg 钒、2 mg 铬不干扰测定,铁、镍的干扰可用 Zn-EDTA 掩蔽,300 μg 钛可用 0.15 g 甘露醇掩蔽。

4 试剂和材料

分析中,除另有说明外,仅使用分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 纯铁,不含铝或已知残余铝含量。

4.2 盐酸(ρ 约 1.19 g/mL)。

4.3 盐酸(5+95):以盐酸(4.2)稀释。

4.4 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL)。

4.5 高氯酸(ρ 约 1.67 g/mL)。

4.6 甘露醇溶液(50 g/L)。

4.7 六次甲基四胺溶液(400 g/L):储存于塑料瓶中。

4.8 氟化铵溶液(5 g/L):储存于塑料瓶中。

4.9 铬天青 S 溶液(0.5 g/L)。

4.10 锌-乙二胺四乙酸二钠(Zn-EDTA)溶液:称取 8.1 g 氧化锌于烧杯中,加 40 mL 盐酸(1+1)加热溶解。另称取 37.2 g EDTA(含二个结晶水)溶于 800 mL 水中,加 15 mL 氨水(ρ 约 0.90 g/mL)。将两溶液合并,搅匀,用氨水(1+1)和盐酸(1+1)调节溶液至 pH4~6,用水稀释至 1 L,混匀。

4.11 铁溶液:称取 0.1 g 纯铁,置于石英烧杯中,加 6 mL 盐酸(4.2)、1 mL 硝酸(4.4),加热溶解,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

4.12 镍溶液:称取 0.1 g 纯镍,置于石英烧杯中,加 3 mL 盐酸(4.2)、4 mL 硝酸(4.4),加热溶解,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

4.13 钴溶液:称取 0.1 g 纯钴,置于石英烧杯中,加 4 mL 盐酸(4.2)、4 mL 硝酸(4.4),加热溶解,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

4.14 铝标准溶液:

4.14.1 称取 0.1000 g 纯铝(铝含量 99.9%以上)置于塑料瓶中,加 10 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),在水浴上加热溶解,加 100 mL 水,滴加盐酸(1+1)至呈酸性后过量 10 mL,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铝。

4.14.2 移取 50.00 mL 铝标准溶液(4.14.1)置于 1 000 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 铝。

5 仪器

分析中,仅用通常的实验室仪器、设备。

6 取制样

按 GB/T 222 和适当的国家标准取制样。

7 分析步骤

安全须知:通常在有氨、氮的氧化物或有机物存在时,冒高氯酸烟可能此起爆炸。

7.1 试料量

称取约 0.10 g 试料,精确至 0.1 mg。

7.2 空白试验

加与试料相同量的纯铁(4.1)两份,按试料同样的操作步骤做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料溶解

将试料(7.1)置于石英烧杯中,加 6 mL 盐酸(4.2)、1 mL 硝酸(4.4),加热溶解。若试料难溶,可适当补加盐酸(4.2)或硝酸(4.4)溶解。

7.3.2 蒸发冒高氯酸烟

7.3.2.1 一般试样

于试液(7.3.1)中加 2 mL 高氯酸(4.5),加热蒸发至冒高氯酸烟,使铬全部氧化至高价,并控制冒高氯酸烟至近干,取下。稍冷,加 1 mL 高氯酸(4.5)。

7.3.2.2 高铬低铝或含钨、钼、硅较高的试样

于试液(7.3.1)中加 3.5~5 mL 高氯酸(4.5),加热蒸发至冒高氯酸烟,使铬氧化至高价,滴加盐酸(4.2)将铬挥除,继续加热蒸发至残余铬全部氧化至高价,并控制冒高氯酸烟至近干,取下。稍冷,加 1 mL 高氯酸(4.5)。

7.3.3 盐类的溶解

于试液(7.3.2)中加 30 mL 水,加热溶解盐类,冷却至室温。

干过滤于 100 mL[含铝 0.4%以上时,补加 1.5 mL 高氯酸(4.5),干过滤于 250 mL]容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

7.3.4 显色

7.3.4.1 移取 5.00 mL 或 10.00 mL 试液(7.3.3)(控制铝含量不大于 20 μ g)两份。分别置于 50 mL

容量瓶中,以下按显色液(7.3.4.2)及参比液(7.3.4.3)进行。

7.3.4.2 显色液:加 5 mL 甘露醇溶液(4.6)(不含钛的试样可不加,含钛超过 300 μg 加 8 mL)、加 5 mL 盐酸(4.3)、5 mL 或 10 mL Zn-EDTA 溶液(4.10)(如为镍基合金均加 5 mL,铁基试样移取 5 mL 试液加 5 mL,移取 10 mL 试液加 10 mL),加 4.0 mL 铬天青 S 溶液(4.9)、5 mL 六次甲基四胺溶液(4.7)。每加一种试剂均需混匀后再加第二种试剂。用水稀释至刻度,混匀。

7.3.4.3 参比液:加 1 mL 氟化铵溶液(4.8),摇匀,以下按 7.3.4.2 进行。

7.3.5 吸光度测量

将显色液(7.3.4.2)与参比液(7.3.4.3)放置 20 min 后,分别移入适宜的吸收皿中,以参比液为参比,于分光光度计波长 545 nm 处测量吸光度,减去空白溶液的平均吸光度后,从工作曲线上查出显色液中相应的铝含量。

注:两份空白溶液的吸光度之差,不得超过 0.02,取其平均值。

7.4 绘制工作曲线

7.4.1 取与试料主要成分铁、镍、钴含量相近的铁溶液(4.11)、镍溶液(4.12)、钴溶液(4.13)于石英烧杯中,按 7.3.2.1 及 7.3.3 进行。

7.4.2 分别移取七份与试液相同量的溶液(7.4.1),置于 50 mL 容量瓶中,于其中六个容量瓶中分别加 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00 mL 铝标准溶液(4.14.2),以下按 7.3.4.2 进行。第七个容量瓶中的溶液按 7.3.4.3 进行,作为参比液。

7.4.3 分别按 7.3.5 进行,以参比液为参比测量吸光度,减去不加铝标准溶液的吸光度后,以铝含量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

8 分析结果及其表示

8.1 按式(1)计算铝含量,以质量百分数表示:

$$W_{\text{Al}} = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100 + W_{\text{Fe}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——分取试液的体积, mL;

V ——试液总体积, mL;

m_1 ——从工作曲线上查得的铝含量, g;

m ——试料量, g;

W_{Fe} ——纯铁(4.1)中铝的含量, % (m/m)。

9 精密度

本标准的精密度是在 1988 年由八个实验室选出七个铝的水平,每个实验室对每个铝的水平按照 GB/T 6379 的规定测定三次所作的共同试验确定的。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 A(提示的附录)。原始数据按照 GB/T 6379 进行统计分析,精密度见表 1。

表 1 精密度

水平范围 % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.050~1.00	$\lg r = -1.5946 + 0.4717 \lg m$	$\lg R = -1.2559 + 0.5556 \lg m$

如果应用本标准得到的两个独立测定值之间的差值超过表 1 中所列精密度函数式计算出的重复性值或再现性值,则认为这两个测定值是可疑的。

10 试验报告

试验报告应当包括下列内容：

- a) 鉴别试样、实验室和分析日期的资料；
- b) 参考本标准所用的方法；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本标准中未包括的操作、或者任选的操作。

附录 A

(提示的附录)

铬天青 S 光度法测定酸溶铝含量精密度试验原始数据

表 A1

数据 实验室	水平	1	2	3	4	5	6	7
	1	0.945 0.940 0.945	0.810 0.804 0.810	0.0680 0.0670 0.0640	0.270 0.276 0.280	0.194 0.210 0.210	0.465 0.468 0.462	0.370 0.380 0.374
2	0.945 0.945 0.940	0.800 0.810 0.800	0.0650 0.0640 0.0650	0.275 0.270 0.274	0.192 0.186 0.184	0.455 0.445 0.450	0.364 0.363 0.360	
3	0.938 0.945 0.938	0.800 0.795 0.800	0.0620 0.0550 0.0570	0.285 0.260 0.270	0.207 0.188 0.192	0.460 0.450 0.448	0.380 0.362 0.370	
4	1.000 0.972 1.003	0.800 0.784 0.801	0.0670 0.0690 0.0720	0.267 0.256 0.262	0.184 0.192 0.188	0.422 0.431 0.447	0.351 0.331 0.340	
5	0.990 0.990 0.985	0.830 0.845 0.835	0.064 0.065 0.063	0.290 0.289 0.287	0.180 0.183 0.184	0.460 0.465 0.465	0.364 0.362 0.368	
6	0.960 0.966 0.960	0.840 0.820 0.818	0.0590 0.0600 0.0600	0.270 0.268 0.278	0.193 0.188 0.194	0.450 0.454 0.458	0.363 0.360 0.369	
7	0.946 0.959 0.950	0.831 0.827 0.825	0.0650 0.0640 0.0670	0.268 0.268 0.274	0.188 0.184 0.190	0.444 0.448 0.445	0.361 0.369 0.362	
8	0.970 0.983 0.985	0.815 0.835 0.837	0.0580 0.0585 0.0575	0.272 0.268 0.266	0.186 0.188 0.191	0.449 0.447 0.447	0.350 0.359 0.360	