

中华人民共和国航空行业标准

钛合金化学分析方法 铬天青 S 分光光度法测定铝含量

HB 5297.2-2001

代替 HB 5297.2(2)-84

1 范围

本标准规定了用铬天青 S 分光光度法测定钛合金中铝含量的方法原理、试剂、仪器、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于钛合金中铝含量的测定。

测定范围:0.50%~2.00%。

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。在本标准出版时,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 7729-1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

HB 5421-1998 金属材料化学成分分析方法总则及一般规定

3 方法原理

试料用硫酸溶解,以高氯酸氧化钒和铬,在 pH 值为 5~6(以六次甲基四胺作缓冲液)时,铬天青 S 与铝生成紫红色络合物,于 550nm 波长处测量吸光度。以苦杏仁酸消除钛的干扰。当加入 Zn EDTA 掩蔽剂时,铬、钒、锆、铌、锡和钨等元素在给定的条件下,不干扰测定。

本标准在实施中应遵守 HB 5421 的有关规定。

4 试剂

4.1 硫酸:1+1。

4.2 高氯酸: ρ 1.67g/mL。

4.3 苦杏仁酸溶液:5g/L。

4.4 Zn-EDTA 溶液:0.01mol/L。称取 16.3g 氯化锌($ZnCl_2$)溶于 200mL 水中,另取 37.2g EDTA 溶于 700mL 水中,加入 15mL 氨水(ρ 0.90g/mL),将此溶液注入氯化锌溶液中,以盐酸(1+1)及氨水(1+1)将 pH 值调至 4~6,用水稀释至 1L。分取此溶液 50mL,用水稀释至 500mL。

4.5 铬天青 S 乙醇溶液:1g/L。称取 0.1g 铬天青,溶于 50mL 乙醇(4.8)中,用水稀释至 100mL。

4.6 六次甲基四胺溶液:400g/L。

4.7 氟化铵溶液:5g/L。

4.8 乙醇:(95%)。

4.9 铝标准溶液:1.00mg/mL。称取 1.0000g 纯铝(99.95% 以上),置于 300mL 烧杯中,加 40mL 盐酸(1+1),加热溶解后,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

分光光度计。

所使用的分光光度计应符合 GB/T 7729 的规定。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.1000g 试料。

6.2 测量

6.2.1 将试料(6.1)置于 150mL 烧杯中,加入 10mL 硫酸(4.1),加热使试料溶解,稍冷,加入 2mL 高氯酸(4.2),继续加热冒浓白烟,冷却后,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.2.2 分取 5.00mL 上述溶液(6.2.1),置于 250mL 容量瓶中,依次加入 10mL 苦杏仁酸溶液(4.3),4mL Zn-EDTA 溶液(4.4),5mL 乙醇(4.8),摇匀。加入 7.00mL 铬天青 S 溶液(4.5),摇匀,加入 12mL 六次甲基四胺溶液(4.6),用水稀释之刻度,摇匀。

6.2.3 分取 5.00mL 溶液(6.2.1),置于 250mL 容量瓶中,加入 2mL 氟化铵溶液(4.7),4mL Zn-EDTA 溶液(4.4),以下按 6.2.2 进行,作为参比液。

6.2.4 放置 20min 后,将部分溶液(6.2.2)移入 1cm 吸收池中,以参比液(6.2.3)为参比,于 550 nm 波长处测量吸光度,从工作曲线上查得相应的铝量。

6.3 工作曲线的绘制

6.3.1 称取 0.100g 钛粉数份,分别置于 150mL 烧杯中,加入 10mL 硫酸(4.1),加热溶解。稍冷,依次加入 0.050, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50mL 铝标准溶液(4.9),加 2mL 高氯酸(4.2),加热至冒浓白烟。冷却,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3.2 分别吸取 5.00mL 上述溶液,分别置于 250mL 容量瓶中,以下按 6.2.2 和 6.2.4 进行,以不加铝标准溶液的一份为参比液,测量吸光度,并绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算铝的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的铝的质量，mg；

m ——显色的试液中所含的试料质量，mg。

8 允许差

实验室之间的分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

铝含量	允许差
0.50~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.07

MACY 美析仪器
专业光度计系列生产厂家
[HTTP://www.macylab.com](http://www.macylab.com) TEL:400-616-4686