

铝合金化学分析方法
苯基荧光酮光度法测定锡含量

HB 5218.20—95
代替 HB 5218.14—82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了采用苯基荧光酮光度法测定铝合金中锡含量的方法提要、试剂、仪器、分析步骤和允许差。

本标准适用于铝合金中锡含量的测定。

测定范围:0.005%~0.10%。

2 引用标准

- GB 7729—87 冶金产品化学分析分光光度法通则
HB 5421—89 金属材料化学分析方法总则及一般规定
HB/Z 207—91 有色金属材料化学分析用试样的取样规范

3 方法提要

试样以硫酸溶解,过滤回收残渣中锡。在硫酸介质中,用抗坏血酸还原铁,动物胶为分散剂,以苯基荧光酮显色,当钛含量高于0.015%时,加入与试样等量的钛抵消其影响。于510nm波长处测量吸光度。

本标准在实施中应遵守 HB 5421 的有关规定。

4 试剂

- 4.1 纯铝(99.99%,不含锡和钛)。
4.2 硫酸: ρ 1.84g/ml。
4.3 硫酸:1+9。
4.4 硫酸: $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 4.0\text{mol/L}$ 。于500ml水中,在搅拌下缓慢加入225ml硫酸(4.2),冷却后移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
4.5 氢氟酸: ρ 1.14g/ml。
4.6 硝酸:1+1。
4.7 钛溶液:0.1mg/ml。称取0.100g纯钛粉(99.99%)置于250ml烧杯中,加50ml硫酸(4.2),加热至钛完全溶解,冷却,移入含有200ml水的400ml烧杯中,冷却后移入1000ml容量

瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 酒石酸溶液:50g/L。

4.9 抗坏血酸溶液:20g/L(用时现配)。

4.10 动物胶溶液:2.5g/L(用时现配)。

4.11 苯基荧光酮溶液:0.3g/L。称取 0.300g 苯基荧光酮溶于 500ml 无水乙醇中,加 30ml 硫酸(4.4),20ml 水。用无水乙醇稀释至 1000ml,放置一天,过滤备用。

4.12 铝溶液:2.5mg/ml。称取 0.6250g 纯铝(4.1),置于 400ml 烧杯中,分次加入 24.5ml 硫酸(4.4),待剧烈反应后,加热至完全溶解,冷却,移入 250ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.13 锡标准溶液 A:0.2mg/ml。称取 0.2000g 锡(99.99%),置于 100ml 烧杯中,加入 10ml 硫酸(4.2),加热至锡完全溶解,继续加热至冒白烟,冷却。加入 25ml 硫酸(4.2),以硫酸(4.3)洗入 1000ml 容量瓶中,用硫酸(4.3)稀释至刻度,摇匀。

4.14 锡标准溶液 B:0.005mg/ml。移取 25.00ml 锡标准溶液 A(4.13)于 1000ml 容量瓶中,用硫酸(4.3)稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

分光光度计

使用的分光光度计的性能及其操作应符合 GB 7729 的有关规定。

6 分析步骤

6.1 试料

分析用试样的取样和制样应符合 HB/Z 207 的要求。

按表 1 称取试料,精确至 0.0001g。

表 1

含锡量 %	试料量 g	移取试液量 ml	补加硫酸(4.4)量 ml
0.005~0.040	0.2500	20.00	0.00
>0.040~0.10	0.2500	5.00	2.40

6.2 空白试验

称取 0.2500g 纯铝(4.1),当试样中含钛高于 0.015%时,加入与之等量的钛,用同样的分析步骤和相同的所有试剂与试料平行进行。

6.3 测量

6.3.1 将试料(6.1)置于 100ml 烧杯中,加 19.0ml 硫酸(4.4),待剧烈反应后,缓慢加热至试料完全溶解。用慢速滤纸过滤于 100ml 容量瓶中,用水洗涤烧杯和沉淀 8~10 次。

将残渣连同滤纸置铂坩埚中,烘干后于 500~600℃灰化完全(勿使滤纸燃着),冷却。加入