

铝合金化学分析方法  
二甲酚橙光度法测定溶解锆含量

HB 5218.15-95

代替 HB 5218.10(1)-82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了采用二甲酚橙光度法测定铝合金中溶解锆含量的方法提要、试剂、仪器、分析步骤和允许差。

本标准适用于铝合金中溶解锆含量的测定。

测定范围:0.05%~0.30%。

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

试样用盐酸和过氧化氢溶解。在  $c(\text{HClO}_4) \approx 0.5 \text{ mol/L}$  的介质中,锆与二甲酚橙生成橙红色络合物,于 540nm 波长处测量吸光度。

在显色的试液中含铜 0.3mg、铁 0.25mg 以下,可用硫脲掩蔽,消除其影响;含钛 0.03mg、钒 0.04mg 以下,其影响可以忽略。

本标准在实施中应遵守 HB 5421 的有关规定。

4 试剂

- 4.1 盐酸:1+1。  
4.2 高氯酸:1+1。  
4.3 过氧化氢: $\rho 1.10 \text{ g/ml}$ 。  
4.4 硫脲:饱和溶液。  
4.5 二甲酚橙显色剂溶液:1g/L。称取 1g 二甲酚橙显色剂溶于 500ml 水中,过滤于 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。  
4.6 锆标准溶液 A: $\rho(\text{Zr}) \approx 1 \text{ mg/ml}$ 。称取 1.770g 氯化锆酰( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ),置于 250ml 烧杯中,加 150ml 盐酸(4.1),加热溶解,低温煮沸至溶液清澈为止。冷却,移入 500ml 容量瓶中,

用水稀释至刻度,摇匀。其准确浓度用苦杏仁酸重量法标定(见附录 A)。

4.7 锆标准溶液 B:  $\rho(\text{Zr}) \approx 0.01\text{mg/ml}$ 。分取 5.00ml 锆标准溶液 A(4.6)于 500ml 容量瓶中,加 90ml 盐酸(4.1),用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 铝(99.99%,不含锆)。

## 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。

称取试料 0.5000g,精确至 0.0001g。

### 6.2 空白试验

称取 0.5000g 铝(4.8),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 200ml 烧杯中,加 25ml 盐酸(4.1),待剧烈反应后,加 1ml 过氧化氢(4.3),加热至试料完全溶解。煮沸使剩余的过氧化氢完全分解。冷却,过滤于 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3.2 分取 2.00ml 试液(6.3.1),置于 25ml 容量瓶中,加 2ml 高氯酸(4.2),1ml 硫脲饱和溶液(4.4),摇匀。然后沿瓶壁加入 2ml 二甲酚橙显色剂溶液(4.5),用水稀释至刻度,摇匀。放置 15min,用 1cm 吸收池,以空白试验溶液(6.2)为参比液,于分光光度计上 540nm 波长处测量吸光度,从工作曲线上查得相应的锆量。

### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 称取 0.5000g 铝(4.8),置于 200ml 烧杯中,以下按 6.3.1 进行。

6.4.2 分取 2.00ml 底液(6.4.1)数份,分别置于 25ml 容量瓶中,依次加入 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00ml 锆标准溶液 B(4.7),加入 2ml 高氯酸(4.2),以下按 6.3.2 进行。以不加锆标准溶液的一份为参比液测量吸光度,并绘制成工作曲线。

## 7 分析结果的表述

按下式计算溶解锆的百分含量:

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

式中:  $m_1$  —— 从工作曲线上查得的锆量,mg;

$m$  —— 显色的试液中所含的试料量,mg。