

UDC 669.55/71/73 : 621.35.035.2 + 543.06



中华人民共和国国家标准

GB 4950 ~ 4951—85

锌—铝—镉合金牺牲阳极及 化学分析方法

Sacrificial anode of Zn—Al—Cd alloy and chemical analysis

1985-02-04 发布

1985-10-01 实施

国家标准局 批准

中华人民共和国国家标准

锌-铝-镉合金牺牲阳极 化学分析方法

Sacrificial anode of Zn-Al-Cd alloy
—chemical analysis

UDC 669.55/71/73
:621.35.035.2
:543.06
GB 4951—85

本标准适用于GB 4950—85《锌-铝-镉合金牺牲阳极》中材料化学成分的测定。仲裁分析时必须按本标准规定的方法进行。

1 总则

1.1 标准方法中所列允许差仅为确保分析结果的准确度而设。仲裁分析时，平行分析的份数不得少于三份。所得分析数据极差值在所列允许差两倍以内（即 \pm 允许差以内）的数据，均认为有效，求得的平均值即为分析结果。用标准试样校验时，结果偏差不得超过本标准规定的允许差。

1.2 分析所用试样应参照GB 4950—85的规定采样；在特殊情况下可与有关单位协商采样，制成合格的试样样屑。

1.3 所用试剂纯度，除特殊注明者外，均为分析纯。

1.4 配制标准溶液所采用的基准试剂，在称量前要经过烘干或灼烧处理。纯金属纯度不低于99.99%。

1.5 配制溶液及分析用水指蒸馏水或同等纯度的去离子水。溶液除指明溶剂外，均为水溶液。

1.6 试剂溶液浓度表示方法除指明配制方法外，一般是：用固体试剂配制的溶液，其浓度均以100ml溶液中所含试剂的克数表示。例如：50%的柠檬酸铵溶液，系指100ml溶液中含50g柠檬酸铵。

用液体试剂配制的溶液，其浓度一般以该试剂与水的体积比表示。例如：1+3的硝酸，系指1体积的硝酸（密度1.42）与3体积的水混合配制而成。

试剂部分凡是浓酸、浓碱均以密度表示，而过氧化氢、氢氟酸等则以百分比浓度表示。

1.7 在方法中所载的温水或低温加热是指50~60℃。

1.8 原子吸收光度法中，火焰原子化法所用火焰除特殊指明外，均为空气-乙炔火焰。

1.9 标准中所用容量仪器及计量仪器均需校正后使用。

1.10 有关数字的取舍，按数字修约规则“四舍六入五单双”处理。

2 铝量的测定

2.1 铬天青S光度法

2.1.1 方法提要

试样经盐酸溶解后，用硫脲、抗坏血酸作掩蔽剂，消除铜、铁的干扰。以六次甲基四胺作缓冲溶液，在pH5.8左右弱酸性介质中，铝（Ⅲ）与铬天青S形成紫红色络合物，测量其吸光度。

测定范围：0.1~0.8%。

2.1.2 试剂

2.1.2.1 盐酸：1+1。

2.1.2.2 过氧化氢：30%。

2.1.2.3 硫脲溶液：0.5%，用时配制。

2.1.2.4 抗坏血酸溶液：0.5%，用时配制。

国家标准局1985-02-04发布

1985-10-01实施

2.1.2.5 百里酚蓝溶液：0.1%。

2.1.2.6 氨水：1 + 10。

2.1.2.7 盐酸：1 + 10。

2.1.2.8 铬天青S溶液：0.2%，称取0.2g铬天青S溶于50ml无水乙醇中，用水稀释至100ml。

2.1.2.9 缓冲溶液：称取250g六次甲基四氨溶于水中，移至1000ml容量瓶中，加10ml盐酸（密度1.19），用水稀释至刻度。

2.1.2.10 铝标准溶液：称取1.0000g纯铝，置于300ml烧杯中，加20ml水、3g氢氧化钠（固体），待其溶解完全后，用盐酸（1 + 1）慢慢中和至出现沉淀，并过量20ml盐酸（1 + 1）。加热使溶液清澈。冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1ml含铝1mg。

2.1.2.11 铝标准溶液：移取1.00ml铝标准溶液（2.1.2.10），置于500ml容量瓶中，加10ml盐酸（密度1.19），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1ml含铝2μg。

2.1.2.12 锌基体溶液：称取1.0000g纯锌，置于150ml锥形瓶中，加20ml盐酸（1 + 1），加热溶解，冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1ml含锌1mg。

2.1.3 分析步骤

2.1.3.1 称取0.1000g试样，置于150ml锥形瓶中，加入10ml盐酸（2.1.2.1），待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢（2.1.2.2），加热溶解完全后，煮沸使过量过氧化氢分解。冷却至室温，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

2.1.3.2 移取2.00ml试液（2.1.3.1），置于50ml容量瓶中。

2.1.3.3 加入2ml硫脲溶液（2.1.2.3）、2ml抗坏血酸溶液（2.1.2.4）、1滴百里酚蓝溶液（2.1.2.5），滴加氨水（2.1.2.6）调至溶液恰至黄色，再滴加盐酸（2.1.2.7）调至红色刚出现，并过量1ml盐酸（2.1.2.7）。依次加2.00ml铬天青S溶液（2.1.2.8）、10ml缓冲溶液（2.1.2.9），用水稀释至刻度，摇匀。放置5min。

2.1.3.4 底液空白：移取2.00ml锌基体溶液（2.1.2.12），置于50ml容量瓶中，以下按2.1.3.3项操作。

2.1.3.5 取部分溶液（2.1.3.3）于1cm比色皿中，以底液空白液为参比液，于分光光度计波长546nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铝量。

2.1.3.6 工作曲线的绘制：于8个50ml容量瓶中，分别加入2.00ml锌基体溶液（2.1.2.12），并依次加0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、8.00ml铝标准溶液（2.1.2.11），以下按2.1.3.3项操作。用1cm比色皿，以不加铝标准溶液的试液为参比液，于分光光度计波长546nm处测各溶液的吸光度。以铝量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

2.1.4 分析结果计算

按式（1）计算铝的百分含量：

$$Al(\%) = \frac{m_1}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查出的铝量，μg；

m_0 ——移取被测溶液的试样量，mg。

2.1.5 允许差

含 铝 量, %	允 许 差, %
0.100~0.300	0.010
>0.300~0.500	0.015
>0.50~0.80	0.02

3 镉、铅量的测定

3.1 镉、铅的方波极谱法

3.1.1 方法提要

在2 N盐酸底液中, 镉和铅有良好的还原波, 可同时测定镉和铅的含量。

测定范围: 镉: 0.05~0.2%; 铅: 0.002~0.01%。

3.1.2 试剂及仪器

3.1.2.1 盐酸: 1 + 1。

3.1.2.2 盐酸: 1 + 5。

3.1.2.3 过氧化氢: 30%。

3.1.2.4 铅标准溶液: 称取0.5000g纯铅, 置于200ml烧杯中, 加20ml硝酸(1 + 2)溶解, 煮沸驱除氮的氧化物, 冷却至室温, 移入1000ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含铅0.5mg。

3.1.2.5 铅标准溶液: 称取10.00ml铅标准溶液(3.1.2.4), 置于500ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含铅10μg。

3.1.2.6 镉标准溶液: 称取0.5000g纯镉, 置于200ml烧杯中, 加入25ml盐酸(1 + 1), 待反应缓慢时, 加入几滴过氧化氢(30%), 加热液解完全后, 煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温, 移入500ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含镉1mg。

3.1.2.7 镉标准溶液: 移取20.00ml镉标准溶液(3.1.2.6), 置于200ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含镉0.1mg。

3.1.2.8 仪器: 方波极谱仪。

3.1.3 分析步骤

3.1.3.1 称取0.5000g试样, 置于200ml烧杯中, 随同试样做试剂空白。

3.1.3.2 加入10ml盐酸(3.1.2.1), 待反应缓慢时, 加入几滴过氧化氢(3.1.2.3), 加热溶解完全, 蒸发近干, 稍冷后, 加20ml盐酸(3.1.2.2)溶解盐类, 移入50ml容量瓶中, 用盐酸(3.1.2.2)洗杯壁几次, 洗液并入容量瓶中, 用盐酸(3.1.2.2)稀释至刻度, 摇匀。

3.1.3.3 取部分溶液(3.1.3.2)于极谱电解杯中, 通氮气除氧5 min, 以滴汞电极为阴极, 沾汞银片电极为阳极, 在-0.35~-0.8V之间, 选择适宜的仪器参数, 分别记录铅、镉的方波极谱图。铅的峰单位约-0.46V; 镉的峰单位约-0.66V。

3.1.3.4 镉、铅工作曲线的绘制: 称取0.5000g纯锌6份, 分别置于6个200ml烧杯中, 依次加入0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00ml镉标准溶液(3.1.2.7)和0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml铅标准溶液(3.1.2.5), 以下按3.1.3.2项~3.1.3.3项操作。分别扣除不加镉、铅标准溶液的试液波高。以镉(或铅)量为横坐标, 波高为纵坐标, 绘制工作曲线。

3.1.4 分析结果的计算

按式(2)计算镉(铅)的百分含量:

$$\text{Cd (Pb) (\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad (2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出镉(铅)的量, μg;

m_2 ——工作曲线上查出随同试样做试剂空白的镉(铅)量, μg;

m_0 ——试样量, mg。

3.1.5 允许差

含 镉 量, %	允许差, %	含 铅 量, %	允许差, %
0.050~0.100	0.005	0.0020~0.0050	0.0005
>0.100~0.200	0.007	>0.005~0.010	0.001

3.2 镉的原子吸收光度法**3.2.1 方法提要**

试样经盐酸分解，稀释一定体积后，用原子吸收光度计测量其吸光度。

测量范围：0.05~0.2%。

3.2.2 试剂与仪器

3.2.2.1 盐酸：1 + 1。

3.2.2.2 过氧化氢：30%。

3.2.2.3 镉标准溶液：见3.1.2.7项。

3.2.2.4 仪器：原子吸收光度计。

3.2.3 分析步骤

3.2.3.1 称取0.5000g试样，置于200ml烧杯中，随同试样做试剂空白。

3.2.3.2 加入20ml盐酸（3.2.2.1），待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢（3.2.2.2），加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.2.3.3 于原子吸收光度计波长2288Å处测量其吸光度。

3.2.3.4 从试液的吸光度扣除随同试样做试剂空白液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铅量。

3.2.3.5 工作曲线的绘制：称取0.5000g纯锌6份，分别置于200ml烧杯中，依次加入0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00ml镉标准溶液（3.2.2.3），以下按3.2.3.2项~3.2.3.3项操作。扣除不加镉标准溶液的试液吸光度。以镉量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

3.2.4 分析结果的计算

按式（3）计算镉的百分含量：

$$\text{Cd}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (3)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查出的镉量，mg；

m_0 ——试样量，mg。

3.3 铅的原子吸收光度法**3.3.1 方法提要**

试样经硝酸分解，稀释一定体积后，用原子吸收光度计（石墨炉原子化器）测量吸光度（或记录峰值、峰面积）。

测定范围：0.001~0.01%。

3.3.2 试剂与仪器

3.3.2.1 硝酸：1 + 2。

3.3.2.2 铅标准溶液：见3.1.2.5项。

3.3.2.3 仪器：原子吸收光度计（具有火焰及石墨炉原子化器）。

3.3.3 分析步骤

3.3.3.1 称取0.5000g试样，置于200ml烧杯中，随同试样做试剂空白。

3.3.3.2 加入20ml硝酸（3.3.2.1），缓缓加热溶解，冷却至室温，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.3.3.3 于原子吸收光度计波长2833Å处测量其吸光度。

3.3.3.4 从试液的吸光度扣除随同试样做试剂空白液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铅量。

3.3.3.5 工作曲线的绘制：称取0.5000g纯锌7份，分别置于7个200ml烧杯中，依次加入0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00和5.00ml铅标准溶液（3.3.2.2），以下按3.3.3.2项~3.3.3.3项操作。扣除不加铅标准溶液的试液吸光度。以铅量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

3.3.4 分析结果的计算

按式（4）计算铅的百分含量：

$$Pb(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的铅量, mg;

m_0 ——试样量, mg。

4 铜量的测定

4.1 二乙基二硫代氨基甲酸钠—氯仿萃取光度法

4.1.1 方法提要

试样经盐酸分解后, 用乙二胺四乙酸二钠 (以下简写EDTA) 和柠檬酸铵络合锌、铝、铁等金属离子。在pH 9~10的氨性介质中, 铜(II)与二乙基二硫代氨基甲酸钠 (以下简写DDTC) 生成黄色螯合物。用氯仿萃取, 测量其吸光度。

测定范围: 0.001~0.01%。

4.1.2 试剂

4.1.2.1 盐酸: 1+1。

4.1.2.2 过氧化氢: 30%。

4.1.2.3 柠檬酸铵溶液: 50%。

4.1.2.4 EDTA溶液: 10%。

4.1.2.5 甲酚红乙醇溶液: 0.1%。

4.1.2.6 氨水: 1+1。

4.1.2.7 氨水: 密度0.90。

4.1.2.8 DDTC溶液: 0.2%。称取0.2g DDTC [$(C_2H_5)_2NCS_2Na \cdot 3H_2O$], 溶于60ml水中, 过滤, 用水稀释至100ml。

4.1.2.9 氯仿。

4.1.2.10 铜标准溶液: 称取0.1000g纯铜, 置于200ml烧杯中, 加入10ml硝酸(1+1), 加热溶解, 并驱除氮的氧化物, 冷却至室温, 移入1000ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含铜1mg。

4.1.2.11 铜标准溶液: 移取5.00ml铜标准溶液(4.1.2.10), 置于250ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含铜2 μ g, 用时配制。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 称取2.5000g试样, 置于250ml锥形瓶中, 随同试样做试剂空白。

4.1.3.2 加入25ml盐酸(4.1.2.1), 待反应缓慢时, 加入1ml过氧化氢(4.1.2.2), 加热溶解完全后, 煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温, 移入100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.1.3.3 移取10.00ml试液(4.1.3.2), 置于125ml分液漏斗中, 用水稀释至约20ml。

4.1.3.4 加入5ml柠檬酸铵溶液(4.1.2.3)、3ml EDTA溶液(4.1.2.4)、2滴甲酚红乙醇溶液(4.1.2.5), 用氨水(4.1.2.6)调至红色出现, 再过量2ml氨水(4.1.2.7), 加入2ml DDTC溶液(4.1.2.8), 摇匀后, 加15ml氯仿(4.1.2.9), 振摇2min, 静置分层后, 将有机相干过滤于25ml容量瓶中, 再向分液漏斗中加5ml氯仿(4.1.2.9), 振摇1min, 静置分层后, 将有机相合并于25ml容量瓶中, 用氯仿(4.1.2.9)稀释至刻度, 摇匀。

4.1.3.5 取部分溶液(4.1.3.4)于3或5cm干燥的比色皿中, 以氯仿为参比液, 于分光光度计波长435nm处测量其吸光度。

4.1.3.6 从试液的吸光度扣除随同试样做试剂空白的吸光度, 从工作曲线上查出相应的铜量。

4.1.3.7 工作曲线的绘制: 于7个125ml分液漏斗中, 依次加入0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00和10.00ml铜标准溶液(4.1.2.11), 用水稀释至约20ml, 以下按4.1.3.4项操作。用3或5cm比色皿, 以不加铜标准溶液的试液为参比液, 于分光光度计波长435nm处测各溶液的吸光度。以铜量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4.1.4 分析结果的计算

按式(5)计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{m_1}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (5)}$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的铜量, μg ;

m_0 ——移取被测溶液的试样量, mg 。

4.1.5 允许差

含 铜 量, %	允 许 差, %
0.0010~0.0030	0.0002
>0.0030~0.0050	0.0005
>0.005~0.010	0.001

4.2 原子吸收光度法

4.2.1 方法提要

试样经盐酸和过氧化氢分解, 稀释一定体积后, 用原子吸收光度计测量其吸光度。

测定范围: 0.001~0.01%。

4.2.2 试剂与仪器

4.2.2.1 盐酸: 1 + 1。

4.2.2.2 过氧化氢: 30%。

4.2.2.3 铜标准溶液: 移取50ml铜标准溶液(4.1.2.10)于100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含铜50 μg 。

4.2.2.4 仪器: 原子吸收光度计。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 称取5.0000g试样, 置于300ml锥形瓶中, 随同试样做试剂空白。

4.2.3.2 将70ml盐酸(4.2.2.1)分数次加入, 待剧烈作用停止后, 滴加约5ml过氧化氢(4.2.2.2), 加热溶解完全后, 煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温, 移入100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.2.3.3 于原子吸收光度计波长3248Å处测量其吸光度。

4.2.3.4 从试液的吸光度扣除随同试样做试剂空白液的吸光度, 从工作曲线上查出相应的铜量。

4.2.3.5 工作曲线的绘制: 称取5.0000g试样7份, 分别置于7个300ml的锥形瓶中, 依次加入0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00和10.00ml铜标准溶液(4.2.2.3), 以下按4.2.3.2项~4.2.3.3项操作。扣除不加铜标准溶液的试液吸光度。以铜量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

4.2.4 分析结果的计算

按式(6)计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{m_1}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (6)}$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的铜量, mg ;

m_0 ——试样量, g 。

5 铁量的测定

5.1 邻菲罗啉光度法

5.1.1 方法提要

试样经盐酸分解，分取一定量的溶液。加入盐酸羟胺和乙二胺四乙酸二钠（以下简写EDTA），在还原铁的同时掩蔽锌等元素，用氨水和乙酸调节pH后，加入邻菲罗啉使其显色，并测量其吸光度。

测定范围：0.001~0.01%。

5.1.2 试剂

5.1.2.1 盐酸：1+1。

5.1.2.2 过氧化氢：30%。

5.1.2.3 盐酸羟胺溶液：10%。

5.1.2.4 EDTA溶液：10%。

5.1.2.5 酚酞溶液：0.1%，称取0.1g酚酞，溶解于90ml无水乙醇中，用水稀释至100ml。

5.1.2.6 氨水：1+3。

5.1.2.7 氨水：密度0.90。

5.1.2.8 乙酸：1+9。

5.1.2.9 邻菲罗啉溶液：0.25%。称取1.25g邻菲罗啉（ $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ），溶于10ml乙醇中，用水稀释至500ml。

5.1.2.10 铁标准溶液：称取0.1000g纯铁，置于200ml烧杯中，加入10ml硝酸（1+1）溶解，加热驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1ml含铁0.1mg。

5.1.2.11 铁标准溶液：移取10.00ml铁标准溶液（5.1.2.10），置于200ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1ml含铁5μg。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 称取2.5000g试样，置于250ml锥形瓶中，随同试样做试剂空白。

5.1.3.2 加入25ml盐酸（5.1.2.1），待反应缓慢时，加入1ml过氧化氢（5.1.2.2），加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.1.3.3 移取10.00ml试液（5.1.3.2）两份，分别置于100ml烧杯中，一份作为显色液，一份作底液空白，分别操作如下：

5.1.3.3.1 显色液

加入1ml盐酸羟胺（5.1.2.3）、20ml EDTA溶液（5.1.2.4）、3滴酚酞指示剂（5.1.2.5），滴加氨水（5.1.2.6或5.1.2.7）中和至溶液呈微红色后，滴加乙酸（5.1.2.8）调节pH为7.0~7.5，再加10ml邻菲罗啉溶液（5.1.2.9），移入50ml容量瓶中，用水稀释至刻度，放置10min。

5.1.3.3.2 底液空白

操作同5.1.3.3.1项，但不加邻菲罗啉溶液。

5.1.3.4 取部分溶液（5.1.3.3）分别移入5cm比色皿中，以底液空白液为参比液，于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。

5.1.3.5 从试液的吸光度扣除随同试样做试剂空白液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铁量。

5.1.3.6 工作曲线的绘制：于7个100ml烧杯中，依次加入0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00和5.00ml铁标准溶液（5.1.2.11），以下按5.1.3.3.1操作。用5cm比色皿，以不加铁标准溶液的试液为参比液，于分光光度计波长510nm处测各溶液的吸光度。以铁量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.1.4 分析结果的计算

按式（7）计算铁的百分含量：

$$Fe(\%) = \frac{m_1}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查出的铁量，μg；

m_0 ——移取被测溶液的试样量, mg。

5.1.5 允许差

含 铁 量, %	允 许 差, %
0.0010~0.0030	0.0002
>0.0030~0.0050	0.0005
>0.0050~0.0100	0.0007

5.2 原子吸收光度法

5.2.1 方法提要

试样经盐酸和过氧化氢分解, 稀释一定体积后, 用原子吸收光度计测量其吸光度。

测定范围: 0.001~0.01%。

5.2.2 试剂与仪器

5.2.2.1 盐酸: 1 + 1。

5.2.2.2 过氧化氢: 30%。

5.2.2.3 铁标准溶液: 移取50.00ml铁标准溶液(5.1.2.10)于100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1 ml含铁50 μ g。

5.2.2.4 仪器: 原子吸收光度计。

5.2.3 分析步骤

5.2.3.1 称取5.0000g试样, 置于300ml锥形杯中, 随同试样做试剂空白。

5.2.3.2 将70ml盐酸(5.2.2.1)分数次加入, 待剧烈作用停止后, 滴加约5 ml过氧化氢(5.2.2.2), 加热溶解完全后, 煮沸, 使过量的过氧化氢分解。冷却至室温, 移入100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.2.3.3 于原子吸收光度计波长2483 \AA 处测量其吸光度。

5.2.3.4 从试液的吸光度扣除随同试样做试剂空白液的吸光度, 从工作曲线上查出相应的铁量。

5.2.3.5 工作曲线的绘制: 称取5.0000g试样7份, 分别置于7个300ml锥形杯中, 依次加入0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00和10.00ml铁标准溶液(5.2.2.3), 以下按5.2.3.2~5.2.3.3项操作。扣除不加铁标准溶液的试液吸光度。以铁量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5.2.4 分析结果的计算

按式(8)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (8)}$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的铁量, mg;

m_0 ——试样量, g。

6 硅量的测定

6.1 草酸铵—硫酸亚铁铵硅钼蓝光度法

6.1.1 方法提要

试样经硝酸和氢氟酸溶解, 在微酸性溶液中, 硅酸与钼酸铵生成硅钼杂多酸, 用硫酸提高酸度, 在草酸铵存在下, 以硫酸亚铁铵还原成硅钼蓝, 测量其吸光度。

测定范围: 0.02~0.2%。

6.1.2 试剂**6.1.2.1 硝酸:** 1 + 3。**6.1.2.2 氢氟酸:** 40%。**6.1.2.3 脲溶液:** 10%。**6.1.2.4 硼酸饱和溶液:** 称取60g硼酸,溶于1000ml热水中,冷却至室温。**6.1.2.5 钼酸铵溶液:** 5%。称取5g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于温水中,用致密滤纸过滤,用水稀释至100ml。溶液贮于塑料瓶中。**6.1.2.6 草酸铵溶液:** 3%。于700ml水中加入250ml硫酸(密度1.84),搅匀,加入30g草酸铵,搅拌至草酸铵溶解。冷却至室温,用水稀释至1000ml。**6.1.2.7 硫酸亚铁铵溶液:** 6%。称取6g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于80ml水中,加6滴硫酸(1 + 1)至溶液澄清透明,过滤,用水稀释至100ml。**6.1.2.8 硅标准溶液:** 称取0.5349g二氧化硅(特级纯),置于已盛有4g无水碳酸钠(高纯试剂)的铂坩埚中,上面再覆盖1~2g无水碳酸钠(高纯试剂),将铂坩埚置于马弗炉中逐渐升温至950℃熔融至透明,继续加热熔融3min,取出冷却,用盛有温水的银质(或塑料)烧杯浸出熔块至完全溶解,用水冲净坩埚,冷却至室温,移入500ml容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液1ml含硅0.5mg。**6.1.2.9 硅标准溶液:** 称取20.00ml硅标准溶液(6.1.2.8),置于100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液1ml含硅0.1mg。**6.1.3 分析步骤****6.1.3.1** 称取0.5000g试样,置于聚四氟乙烯塑料烧杯中,准确加入15ml硝酸(6.1.2.1),低温加热溶解,稍冷,用塑料滴管加6滴氢氟酸(6.1.2.2),用水冲洗塑料杯内壁,加入10ml脲溶液(6.1.2.3),加20ml硼酸饱和溶液(6.1.2.4),移入于100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移入塑料瓶中存放。**6.1.3.2 试剂空白:** 在测定试样的同时,称取0.5000g纯锌,用与试样同样量的每种试剂和同样操作方法做空白试验。**6.1.3.3** 移取10.00ml试液(6.1.3.1)两份,分别置于50ml容量瓶中,1份做显色液,1份做底液空白,分别操作如下:**6.1.3.3.1 显色液**

加入5ml钼酸铵溶液(6.1.2.5),在沸水中加热30s后流水冷却(或室温中放置30min),加入10ml草酸铵溶液(6.1.2.6),摇匀,随即加5ml硫酸亚铁铵溶液(6.1.2.7),用水稀释至刻度,摇匀。放置5min。

6.1.3.3.2 底液空白

依次加入10ml草酸铵溶液(6.1.2.6)、5ml钼酸铵溶液(6.1.2.5)及5ml硫酸亚铁铵溶液(6.1.2.7),用水稀释至刻度,摇匀。

6.1.3.4 取部分溶液(6.1.3.3)分别于2cm比色皿中,以底液空白溶液为参比液,于分光光度计波长660nm处测量其吸光度,扣除试剂空白液的吸光度。从工作曲线上查出相应的硅量。**6.1.3.5 工作曲线的绘制:** 称取0.5000g纯锌7份,分别置于7个塑料烧杯中,依次加入0、0.50、1.00、3.00、5.00、8.00和10.00ml硅标准溶液(6.1.2.9),以下按6.1.3.1项及6.1.3.3~6.1.3.3.1操作。用2cm比色皿以不加硅标准溶液的试液为参比液,于分光光度计波长660nm处测各溶液的吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。**6.1.4 分析结果的计算**

按式(9)计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{m_1}{m_0 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的硅量, μg ;

m_0 ——移取被测溶液的试样量, mg 。

6.1.5 允许差

含 硅 量, %	允 许 差, %
0.020~0.050	0.005
>0.050~0.100	0.007
>0.100~0.200	0.015

附加说明:

本标准由中国船舶工业总公司提出, 由中国船舶工业总公司洛阳船舶材料研究所归口。

本标准由中国船舶工业总公司洛阳船舶材料研究所负责起草。

本标准主要起草人孔庆玉、张连法、李作瑛。