



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 223.10—2000

---

## 钢铁及合金化学分析方法 铜铁试剂分离-铬天青 S 光度法测定铝含量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The cupferron separation-chrome 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 223.10—1991《钢铁及合金化学分析方法 铜铁试剂分离-铬天青 S 光度法测定铝量》的修订。

本标准此次修订增加了“前言”、“2 引用标准”、“5 仪器与设备”、“6 取制样”、“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(修改残渣铝的称取量及试料量表示)；
- 原 4.3.3.1, 现 7.3.3.1(修改显色液分取量)；
- 原 4.4.2, 现 7.4.2(扩大标准曲线范围)；
- 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 10 部分。自本标准实施之日起,代替 GB/T 223.10—1991《钢铁及合金化学分析方法 铜铁试剂分离-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:上钢五厂。

本标准主要起草人:崔秋红、杨隆兴、田 玲、王玉娟。

本标准 1982 年 7 月首次发布,1991 年 9 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 铜铁试剂分离-铬天青 S 光度法测定铝含量

GB/T 223.10—2000

代替 GB/T 223.10—1991

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The cupferron separation-chrome azurol S photometric  
method for the determination of aluminium content

### 1 范围

本标准规定了用铜铁试剂分离-铬天青 S 光度法测定铝含量。

本标准适用于钢铁及合金中 0.015% (m/m) ~ 0.50% (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

试料以盐酸、硝酸溶解,以铜铁试剂分离铁、钒、钛等元素,用高氯酸冒烟破坏铜铁试剂后,在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。

在显色液中含有 40  $\mu\text{g}$  以上铬有干扰,处理试料时以高氯酸氧化铬成六价后用盐酸挥除。

### 4 试剂与材料

分析中,除另有说明外,仅使用分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 焦硫酸钠。
- 4.2 盐酸( $\rho$  约 1.19 g/mL)。
- 4.3 盐酸(1+1):以盐酸(4.2)稀释。
- 4.4 盐酸(5+95):以盐酸(4.2)稀释。
- 4.5 硝酸( $\rho$  约 1.42 g/mL)。
- 4.6 硝酸(1+20):以硝酸(4.5)稀释。
- 4.7 高氯酸( $\rho$  约 1.67 g/mL)。
- 4.8 氨水( $\rho$  约 0.90 g/mL)。
- 4.9 氨水(1+1):以氨水(4.8)稀释。
- 4.10 氨水(1+9):以氨水(4.8)稀释。

- 4.11 抗坏血酸溶液(5 g/L):用时现配。
- 4.12 N-亚硝基苯胍胺(铜铁试剂)溶液(60 g/L):用时现配。
- 4.13 氟化铵溶液(2 g/L):储于塑料瓶中。
- 4.14 六次甲基四胺溶液(250 g/L):pH 应为 7.5。储于塑料瓶中。
- 4.15 铬天青 S 溶液(1 g/L):以乙醇(1+1)配制。
- 4.16 2,4-二硝基酚溶液(2 g/L):以乙醇(1+1)配制。
- 4.17 硫代硫酸钠溶液(10 g/L)。
- 4.18 铝标准溶液
- 4.18.1 称取 0.100 0 g 纯铝(99.9%以上),置于塑料烧杯中;加 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),在沸水浴中加热溶解。待完全溶解后,加 100 mL 水,滴加盐酸(4.3)酸化并过量 10 mL,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  铝。
- 4.18.2 移取 20.00 mL 铝标准溶液(4.18.1)置于 1 000 mL 容量瓶中,加 4 mL 盐酸(4.3),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 2  $\mu\text{g}$  铝。

## 5 仪器与设备

分析中,仅用通常的实验室仪器、设备。

## 6 取制样

按 GB/T 222 或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,冒高氯酸烟可能引起爆炸。

### 7.1 试料量

测定酸溶铝时,称取约 0.10 g 试料,精确至 0.1 mg;测定残渣铝时,称取约 1.00 g 试料,精确至 0.1 mg。

### 7.2 空白试验

除不加试料外,按同样的操作步骤做两份空白试验。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 试料溶解

7.3.1.1 酸溶铝 将试料(7.1)置于石英烧杯中,加 6 mL 盐酸(4.2)、1 mL 硝酸(4.5),缓缓加热溶解[若试料难溶,可适当补加盐酸(4.2)或硝酸(4.5)]。加 3 mL 高氯酸(4.7),继续加热蒸发至冒高氯酸烟[试液中含铬达 400  $\mu\text{g}$  时,将铬氧化至六价,分次滴加盐酸(4.2)使铬形成氯化铬酰挥发]并蒸发至近干,稍冷,加 30 mL 水,加热溶解盐类,冷却至室温。

7.3.1.2 残渣铝 将试料(7.1)置于石英烧杯中,加 12 mL 盐酸(4.2)、2 mL 硝酸(4.5),缓缓加热溶解[若试料难溶,可适当补加盐酸(4.2)或硝酸(4.5)]。加 5 mL 高氯酸(4.7),继续蒸发至冒高氯酸烟,稍冷,加 60 mL 水溶解盐类,用少量纸浆的慢速滤纸过滤,沉淀全部移入滤纸中,用盐酸(4.4)洗涤滤纸及沉淀 7~8 次,再用水洗 2~3 次,弃去滤液。残渣和滤纸置于铂坩埚中,干燥灰化后,于 600  $^{\circ}\text{C}$  灼烧 10~15 min,冷却,加 1.5 g 焦硫酸钠(4.1)熔融,冷却,铂坩埚外壁用水洗净后,置于原烧杯中,加 5 mL 盐酸(4.3)溶解熔块,用水洗净,取出铂坩埚,冷却。

7.3.1.3 将 7.3.1.1 或 7.3.1.2 得到的溶液移入 100 mL 容量瓶中,控制溶液体积约 60 mL,加 8 mL 盐酸(4.2),冷却至 15  $^{\circ}\text{C}$  以下,立即在摇动下加 20 mL 铜铁试剂溶液(4.12),(测定残渣铝时加 5 mL),用水稀释至刻度,充分摇匀,放置 1~2 min,用慢速滤纸干过滤。

#### 7.3.2 试液处理

7.3.2.1 移取 50.00 mL 试液(含铝在 0.35% 以上时移取 25.00 mL),置于石英烧杯中,加 10 mL 硝酸(4.5),2 mL 高氯酸(4.7),加热蒸发至冒烟,稍冷,用水洗表面皿及杯壁,再加 1 mL 硝酸(4.5),继续加热蒸发至冒烟[但不能蒸干,如已蒸干则待溶液稍冷后,加 2 滴盐酸(4.2)和 10 滴高氯酸(4.7),加热溶解并蒸发至冒烟],使铜铁试剂完全分解并浓缩至体积约 0.5 mL。此时试液应是无色或微黄色(未除尽铬的颜色),如呈绿色或褐色则是铜铁试剂未分解完全,可补加 2 mL 硝酸(4.5)和 2 mL 高氯酸(4.7),再蒸发冒烟至近干。

7.3.2.2 加 10 mL 水,加热溶解盐类,冷却至室温,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

### 7.3.3 分取试液

7.3.3.1 酸溶铝 当铝含量为 0.015% (m/m)~0.10% (m/m) 时,移取 20.00 mL 试液(7.3.2.2)两份;当铝含量大于 0.10% (m/m)~0.50% (m/m) 时,移取 5 mL 试液两份,分别置于 50 mL 容量瓶中。

7.3.3.2 残渣铝 移取 20.00 mL 试液(7.3.2.2)两份,分别置于 50 mL 容量瓶中。

### 7.3.4 显色与测量

7.3.4.1 加 2 滴 2,4-二硝基酚溶液(4.16),滴加氨水(先用 4.9,后用 4.10)至溶液呈黄色,再滴加硝酸(4.6)至黄色恰消失并过量 2.00 mL,分别按 7.3.4.2 及 7.3.4.3 处理。

7.3.4.2 显色液加 1 mL 抗坏血酸(4.11),1 mL 硫代硫酸钠(4.17),2.00 mL 铬天青 S 溶液(4.15)、2 mL 六次甲基四胺溶液(4.14)。每加一种试剂后必须摇匀。用水稀释至刻度,混匀。

注:加抗坏血酸溶液后在 5 min 内加显色剂,否则结果偏低。

7.3.4.3 参比液 用塑料滴管滴加 5 滴氟化铵溶液(4.13),以下按 7.3.4.2 进行。

7.3.4.4 放置 5 min 后,将部分溶液分别移入适宜的吸收皿中,以参比液为参比,在分光光度计上,于波长 550 nm 处测量其吸光度,减去空白溶液的平均吸光度后,从工作曲线上查出相应的铝含量。

注

1 若室温高于 30℃,必须在 45 min 内测量完毕。

2 两份空白溶液吸光度之差不得超过 0.020,取其平均值。

## 7.4 绘制工作曲线

7.4.1 酸溶铝 当铝含量为 0.015% (m/m)~0.10% (m/m) 时,移取 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 铝标准溶液(4.18.2);当铝含量大于 0.10% (m/m)~0.50% (m/m) 时,移取 0,1.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 铝标准溶液(4.18.2),分别置于 7 个和 6 个 50 mL 容量瓶中,以下按 7.3.4.1 和 7.3.4.2 进行,以试剂空白为参比测量其吸光度,以铝含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7.4.2 残渣铝 移取 0,0.50,1.00,2.00,3.00,6.00,8.00,10.00 mL 铝标准溶液(4.18.2)分别置于 8 个 50 mL 容量瓶中,以下按 7.3.4.1 和 7.3.4.2 进行,以试剂空白为参比测量其吸光度,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:

$$W_{Al} = \frac{m_1 \cdot V \cdot V_2}{m \cdot V_1 \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的铝含量, g;

$V$ ——用铜铁试剂分离时稀释的体积, mL;

$V_1$ ——铜铁试剂分离后分取试液的体积, mL;

$V_2$ ——破坏铜铁试剂后稀释的体积, mL;

$V_3$ ——显色时分取试液的体积, mL;

$m$ ——试料量, g。

## 9 精密度

本标准的精密度是在1989年由8个实验室选出7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 <i>r</i>	再现性 <i>R</i>
0.015~0.50	$\lg r = -1.4187 + 0.6975 \lg m$	$R = 0.004641 + 0.08053 m$

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)

铜铁试剂分离-铬天青 S 光度法测定铝含量精密度试验原始数据

表 A1

实验室	数据	水平						
		1	2	3	4	5	6	7
1		0.017 6	0.076 8	0.120	0.260	0.354	0.494	0.439
		0.015 4	0.078 5	0.122	0.250	0.342	0.492	0.419
		0.015 8	0.077 7	0.119	0.248	0.346	0.504	0.420
2		0.013 2	0.078 7	0.102	0.232	0.323	0.488	0.400
		0.014 0	0.078 8	0.112	0.244	0.336	0.498	0.406
		0.012 2	0.078 8	0.105	0.240	0.330	0.473	0.405
3		0.016 5	0.082 0	0.113	0.243	0.340	0.500	0.428
		0.017 0	0.080 0	0.113	0.238	0.340	0.493	0.410
		0.017 0	0.081 5	0.112	0.240	0.340	0.498	0.412
4		0.018 0	0.078 0	0.116	0.237	0.350	0.521	0.397
		0.018 0	0.079 0	0.125	0.248	0.340	0.533	0.405
		0.019 0	0.081 0	0.125	0.248	0.354	0.545	0.400
5		0.014 0	0.074 2	0.114	0.251	0.344	0.484	0.394
		0.013 6	0.075 6	0.102	0.241	0.344	0.494	0.412
		0.015 2	0.080 0	0.105	0.244	0.350	0.480	0.400
6		0.011 9	0.076 2	0.129	0.241	0.327	0.522	0.414
		0.011 8	0.072 8	0.116	0.246	0.334	0.508	0.411
		0.012 2	0.075 4	0.121	0.239	0.338	0.510	0.408
7		0.016 0	0.076 5	0.124	0.241	0.347	0.504	0.397
		0.014 0	0.081 0	0.124	0.244	0.360	0.504	0.403
		0.014 5	0.078 1	0.124	0.243	0.364	0.490	0.404
8		0.015 3	0.074 1	0.120	0.232	0.326	0.472	0.384
		0.015 1	0.076 0	0.113	0.240	0.327	0.483	0.396
		0.015 0	0.076 4	0.114	0.242	0.337	0.474	0.400