

ICS 29.120.20

K 14

备案号: 23247—2008

**JB**

# 中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6326.6—2008

代替 JB/T 6326.7—1992

JB/T 6326.8—1992

---

## 镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 第 6 部分: 铝的测定

**Test methods for chemical analysis of Ni-Cr and Ni-Cr-Fe alloy  
—Part 6: Determination of aluminum content**



2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 方法提要 .....	1
3 试剂 .....	1
4 分析步骤 .....	2
4.1 试料质量 .....	2
4.2 空白试验 .....	2
4.3 测定 .....	2
4.4 工作曲线的绘制 .....	3
5 分析结果计算 .....	3
6 精密度 .....	3
7 特殊情况 .....	3
7.1 方法提要 .....	3
7.2 测定 .....	3
表 1 参比溶液和显色溶液 .....	2
表 2 工作曲线绘制条件 .....	3
表 3 分析结果的绝对差值 .....	3
表 4 参比溶液和显色溶液 .....	4

## 前 言

JB/T 6326《镍铬及镍铬铁化学分析方法》拟分为九个部分：

- 第1部分：镍的测定；
- 第2部分：铬的测定；
- 第3部分：硅的测定；
- 第4部分：铁的测定；
- 第5部分：锰的测定；
- 第6部分：铝的测定；
- 第7部分：碳的测定；
- 第8部分：硫的测定；
- 第9部分：磷的测定。

本部分是JB/T 6326的第6部分。

本部分代替JB/T 6326.7—1992《镍铬合金化学分析方法 铬天青S光度法测定铝量》和JB/T 6326.8—1992《镍铬及镍铬铁化学分析方法 铬天青S光度法测定铝量》。

本部分与JB/T 6326.7—1992和JB/T 6326.8—1992相比，主要变化如下：

- 重新编排了标准各部分的序号；
- 镍铬合金中铝的分析方法列为“特殊情况”。

本部分由中国机械工业联合会提出。

本部分由全国电工合金标准化技术委员会（SAC/TC 228）归口。

本部分起草单位：上海电科电工材料有限公司、江苏新华合金电器有限公司。

本部分起草人：黄留庆、翁桅、华大风。

本部分所代替标准的历次版本发布情况：

- JB/T 6326.7—1992；
- JB/T 6326.8—1992。

# 镍铬及镍铬铁合金化学分析方法

## 第 6 部分：铝的测定

**警告**——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法律规定的条件。

### 1 范围

JB/T 6326 的本部分规定了用铬天青 S 光度法测定镍铬及镍铬铁合金铝含量的试剂、分析程序、分析结果计算和精确度以及特殊情况等内容。

本部分适用于镍铬及镍铬铁合金中铝含量的测定。测定范围：0.050%~0.500%。

本部分还适用于镍铬铁合金中铝含量测定时的掩蔽剂采用环己二胺四乙酸-锌溶液，其参比溶液和显色溶液配置的特殊情况。测定范围为 0.050%~0.500%。

### 2 方法提要

试料用混合酸溶解。高氯酸冒烟，使铬氧化至六价并以氯化铬酰形式挥发去除，残存的铬不影响铝的测定。

用抗坏血酸还原三价铁时，二价铁不影响铝的测定。在 pH5.7 的条件下，用铬天青 S 显色，测量其吸光度。

基体元素对铝的显色有抑制作用，并有一定背景吸收，用相同的镍量打底制作工作曲线，以抵消影响。

### 3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氢氧化钠。

3.2 高氯酸（密度为 1.67g/mL）。

3.3 盐酸-硝酸混合酸：盐酸+硝酸（1+1）。

3.4 盐酸（1+1）。

3.5 盐酸（1mol/L）。

3.6 硝酸（1+1）。

3.7 氢氧化铵（1+4）。

3.8 抗坏血酸溶液（10g/L）。

3.9 六次甲基四胺缓冲溶液（300g/L），应贮存于塑料瓶中。

3.10 氟化铵溶液（5g/L），应贮存于塑料瓶中。

3.11 铬天青 S（0.5g/L）。

3.12 镍标准溶液的配制：

称取 0.1000g 含铝量小于 0.001% 的金属镍，用 5mL 硝酸（见 3.6）加热溶解，驱除氮的氧化物，移入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀，此溶液 1mL 含 1mg 镍。

3.13 铝标准溶液的配制：

称取 0.1000g 纯度在 99.9% 以上的金属铝，置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 1g 氢氧化钠（见 3.1）、5mL 水，加盖，加热至铝溶解完全。加入盐酸酸化并过量 8mL，移入于 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1mL 含 0.10mg 铝。

3.13.1 移取 2.00mL 铝标准溶液（见 3.13）于 100mL 容量瓶中，加 10 滴盐酸（见 3.4），再加水稀释至刻度，混匀，此溶液中 1mL 含 2 $\mu$ g 铝。

3.13.2 移取 5.00mL 铝标准溶液（见 3.13）于 100mL 容量瓶中，加 10 滴盐酸（见 3.4），再加水稀释至刻度，混匀，此溶液中 1mL 含 5 $\mu$ g 铝。

3.14 氧化锌。

3.15 环己二胺四乙酸。

3.16 环己二胺四乙酸-锌溶液（以下简称 CyDTA-Zn）（0.1mol/L）的配制：

称取 8.5g 氧化锌（见 3.14），溶解于 35mL 盐酸（见 3.4）中，另称取 34.6g 环己二胺四乙酸（见 3.15）置于 400mL 烧杯中，加 200mL 水，加热，滴加氢氧化铵（见 3.7）至恰好溶解。将两溶液合并混匀，调节其酸度至 pH5.5 左右，移入容量瓶，稀释至 1000mL。

3.17 甘露醇溶液（50g/L）。

3.18 甲基橙溶液（1g/L）。

## 4 分析步骤

### 4.1 试料质量

称取约 0.1g 试料，精确到 0.1mg。

### 4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 4.3 测定

4.3.1 将试料置于 125mL 三角烧杯中，加入 5mL 盐酸-硝酸混合酸（见 3.3），低温加热，待试料溶解完毕，加入 5mL 高氯酸（见 3.2）冒烟至铬氧化成六价，加盐酸数滴挥铬。反复多次，直至不再冒出黄棕色气体为止，冷却，加水溶解盐类。将溶液与析出的硅酸一并用带橡皮头的玻璃棒移入 100mL 容量瓶中稀释至刻度混匀。

4.3.2 分别移取上层澄清溶液和空白试验溶液（见 4.2）5mL 各两份，一份加入氟化铵溶液（见 3.10）作参比溶液，另一份作显色溶液。

4.3.3 加入 1 滴甲基橙溶液（见 3.18）。用氢氧化铵（见 3.7）调至溶液恰呈黄色，立即用盐酸（见 3.5）调至呈红色，用移液管按表 1 的顺序加入除氟化铵以外试剂。每加入一份试剂后必须充分混匀。最后，以水稀释至刻度，混匀。温度在 30 $^{\circ}$ C 左右时，要在 2min~3min 内读测完毕。在 20 $^{\circ}$ C 左右时宜放置 5min~10min 后再测定；在 10 $^{\circ}$ C 左右时宜放置 20min 后再测定。

4.3.4 按表 1 的规定配置参比溶液和显色溶液。

表 1 参比溶液和显色溶液

试剂名称	试剂加入量			
	参比溶液		显色溶液	
	显色液稀释体积 50mL	显色液稀释体积 100mL	显色液稀释体积 50mL	显色液稀释体积 100mL
氟化铵溶液（见 3.10）	2 滴	5 滴	—	—
盐酸（见 3.5）	2.0mL	4.0mL	2.0mL	4.0mL
抗坏血酸溶液（见 3.8）	1.5mL	1.5mL	1.5mL	1.5mL
铬天青 S（见 3.11）	2.5mL	5.0mL	2.5mL	5.0mL
六次甲基四胺缓冲溶液（见 3.9）	5mL	10mL	5mL	10mL

注：加入抗坏血酸以前须冲洗瓶颈处黏着的试液。

4.3.5 根据铝含量的高低选用 1cm 或 2cm 规格的比色皿，在分光光度计波长 550nm 处测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度后，在相应的工作曲线上查得试料含铝量。

#### 4.4 工作曲线的绘制

移取与试样相同镍量的镍标准溶液（见 3.12）六份，分别置于六个容量瓶中，根据试料的含铝量范围，按表 2 规定的条件，加入（0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00）mL 相应浓度的铝标准溶液（见 3.13.1 或 3.13.2）。以下按 4.3.3、4.3.4 进行。选用 1cm 或 2cm 规格的比色皿，以不加铝标准溶液的显色液为参比溶液，在分光光度计波长 550nm 处测量其吸光度。绘制工作曲线。

表 2 工作曲线绘制条件

试料铝的质量分数范围	0.050%~0.20%	0.20%~0.50%
铝标准溶液	2μg/mL	5μg/mL
显色液稀释体积	50mL	100mL
比色皿规格	2cm	1cm

### 5 分析结果计算

按式（1）计算铝的质量分数（%）：

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

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的铝的质量，单位为 g；

$V$ ——试液总体积，单位为 mL；

$V_1$ ——分取试液体积，单位为 mL；

$m$ ——试料质量，单位为 g；

计算结果表示到小数点后两位。

### 6 精密度

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试，结果的绝对差值不大于表 3 所列的值，以大于表 3 所列值不超过 5% 为前提。

表 3 分析结果的绝对差值

(%)

铝的质量分数范围	绝对差值
0.050~0.100	0.020
>0.100~0.500	0.030

### 7 特殊情况

镍铬合金中铝含量的测定，改用 CyDTA-Zn 和甘露醇共同掩蔽铜、铁、钛等元素。

#### 7.1 方法提要

试料用混合酸溶解。高氯酸冒烟，使铬氧化至六价，并以氯化铬酰形式挥发去除，残存的铬不影响铝的测定。

用 CyDTA-Zn、甘露醇共同屏蔽铜、铁、钛。在 pH5.7 的条件下，用铬天青 S 显色，测量其吸光度。基体元素对铝的显色有抑制作用，并有一定背景吸收，用相同的镍量打底制作工作曲线，以抵消影响。

#### 7.2 测定

4.3.4 修改为按表 4 的规定配置参比溶液和显色溶液。

表 4 参比溶液和显色溶液

试剂名称	试剂加入量			
	参比溶液		显色溶液	
	显色液稀释体积 50mL	显色液稀释体积 100mL	显色液稀释体积 50mL	显色液稀释体积 100mL
氟化铵溶液 (见 3.10)	2 滴	5 滴	—	—
盐酸 (见 3.5)	2.0mL	4.0mL	2.0mL	4.0mL
CyDTA-Zn (见 3.16)	5mL	5mL	5mL	5mL
甘露醇溶液 (见 3.17)	5mL	5mL	5mL	5mL
铬天青 S (见 3.11)	2.5mL	5.0mL	2.5mL	5.0mL
六次甲基四胺缓冲溶液 (见 3.9)	5mL	10mL	5mL	10mL

中 华 人 民 共 和 国  
机 械 行 业 标 准  
镍 铬 及 镍 铬 铁 合 金 化 学 分 析 方 法  
第 6 部 分： 铝 的 测 定  
JB/T 6326.6—2008

\*

机 械 工 业 出 版 社 出 版 发 行  
北 京 市 百 万 庄 大 街 22 号  
邮 政 编 码： 100037

\*

210mm×297mm·0.5印张·13千字  
2008年9月第1版第1次印刷

\*

书 号： 15111·9146  
网 址： <http://www.cmpbook.com>  
编 辑 部 电 话： (010) 88379778  
直 销 中 心 电 话： (010) 88379693  
封 面 无 防 伪 标 均 为 盗 版

版 权 专 有 侵 权 必 究