

# YS

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 475.1~475.7—2005

---

### 铸造轴承合金化学分析方法

Methods for chemical analysis of cast bearing metals

2005-05-18 发布

2005-12-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 475.6—2005

---

### 铸造轴承合金化学分析方法 铝量的测定 铬天青 S 分光光度法

Methods for chemical analysis of cast bearing metals  
—Determination of aluminium content  
—Chromazuzol S spectrophotometric method

2005-05-18 发布

2005-12-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

YS/T 475—2005《铸造轴承合金化学分析方法》共包括七个部分,本部分为第 6 部分。

本部分为首次制定。采用铬天青 S 分光光度法测定铝量。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由云南省有色地质局个旧 308 矿产测试有限公司、个旧市冶金研究所参加起草。

本部分主要起草人:赵如琳、黄薇。

本部分主要验证人:张薇、缪璐、李凤玲、武莲芬。

美析仪器  
MACY INSTRUMENTS  
工业光度计系列生产厂家  
//www.macylab.com TEL:400-616

## 铸造轴承合金化学分析方法

### 铝量的测定 铬天青 S 分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了铸造轴承合金中铝含量的测定方法。

本部分适用于铸造轴承合金中铝含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.100%。

#### 2 方法提要

锡基轴承合金试料用王水溶解,铅基轴承合金试料用氢溴酸溶解,在少量硫酸介质中用盐酸-氢溴酸挥发排尽锡、锑。于微酸性溶液中加入适量硫代硫酸钠掩蔽铜,铝与铬天青 S 及聚乙二醇辛基苯基醚(OP)显色,于分光光度计波长 610 nm 处,测量其吸光度。

#### 3 试剂和材料

- 3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.3 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。
- 3.4 氢溴酸( $\rho$ 1.38 g/mL)。
- 3.5 过氧化氢(30%)。
- 3.6 盐酸-氢溴酸:盐酸(3.1)与氢溴酸等体积混合。
- 3.7 盐酸(1+1)。
- 3.8 盐酸(1+20)。
- 3.9 盐酸(5+95)。
- 3.10 氢氧化钠溶液(300 g/L)。
- 3.11 氨水(1+1)。
- 3.12 氨水(1+10)。
- 3.13 氯化铵溶液(200 g/L)。
- 3.14 硫代硫酸钠溶液(200 g/L)。
- 3.15 硫代硫酸钠溶液(20 g/L)。
- 3.16 抗坏血酸溶液(20 g/L),用时现配。
- 3.17 百里酚蓝乙醇溶液(1 g/L)。
- 3.18 聚乙二醇辛基苯基醚(OP)溶液(1+99)。
- 3.19 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH6.8):称取 300 g 乙酸钠,以水溶解后,加入 3 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 L,混匀。
- 3.20 铬天青 S 溶液(0.6 g/L):称取 0.300 g 铬天青 S 溶于 250 mL 水中,溶解完全后,再加入 250 mL 无水乙醇,混匀。
- 3.21 铜溶液:称取 2.500 g 金属铜( $\geq 99.99\%$ )于 400 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(3.1)及少许过氧化氢溶解完全,加热蒸发至近干,以水溶解并移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 5 mg 铜。
- 3.22 铝标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铝( $\geq 99.99\%$ ),加入 15 mL 氢氧化钠溶液,加热溶解完全

后,用盐酸(3.7)中和至酸性(约需 20 mL)并过量 40 mL,冷却,移入 1000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 1 mg 铝。用盐酸(3.9)逐级稀释至每毫升含 10  $\mu\text{g}$  铝。

3.23 铝标准溶液:移取 25.00 mL 铝标准贮存溶液(10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )于 250 mL 容量瓶中,加入 1 mL 盐酸(3.7),以水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 1  $\mu\text{g}$  铝。

#### 4 仪器、设备

分光光度计。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

| 铝质量分数/%          | 试料量/g | 分取试液体积/mL |
|------------------|-------|-----------|
| 0.000 3~0.001 0  | 1.0   | 20        |
| >0.001 0~0.005 0 | 0.5   | 10        |
| >0.005 0~0.020   | 0.3   | 5         |
| >0.020~0.100     | 0.2   | 2         |

##### 5.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

##### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 5.4 测定

5.4.1 锡基轴承合金:将试料(5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 8 mL 王水微热溶解完全,取下稍冷,加 1 mL 硫酸(3.3)低温加热蒸至冒白烟 30 s,取下冷却,沿杯壁滴加 5 mL 盐酸-氢溴酸,低温加热挥发排锡、锑,再加入 3 mL 盐酸-氢溴酸排锡、锑二次,加 3 mL 盐酸(3.1)及 5 滴过氧化氢,低温加热赶尽硫酸,取下冷却。加 5 滴盐酸(3.1)及 5 mL 氯化铵溶液,用少许水吹洗杯壁,煮沸,取下冷却,用水移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀,视铝含量分取试液(表 1)于 50 mL 容量瓶中,补足 5 mL 氯化铵溶液,加水稀释至 20 mL,以下按 5.4.3 条进行。

5.4.2 铅基轴承合金:将试料(5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 4 mL 氢溴酸,温热分解至不作用,取下稍冷,滴加 5 滴过氧化氢,继续低温加热溶解完全,取下稍冷,沿杯壁吹少许水,加 4 mL 盐酸(3.1)及 1 mL 硫酸,用水稀释至约 20 mL,低温加热使溶液清亮,取下冷却至室温,用盐酸(3.9)移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀,用中速滤纸干过滤于 50 mL 烧杯中,视铝含量分取滤液(表 1)于 100 mL 烧杯中,低温加热蒸发至冒白烟 30 s,取下冷却,加入 1 mL 盐酸-氢溴酸,低温加热赶尽硫酸,取下冷却。加入 3 滴盐酸(3.1)及 5 mL 氯化铵溶液,以少许水吹洗杯壁,加热至盐类溶解,取下冷却至室温,以水移入 50 mL 容量瓶中,控制体积约为 20 mL。

5.4.3 加入 4 滴百里酚蓝乙醇溶液,用氨水(3.11)及氨水(3.12)调至微黄色,再用盐酸(3.8)调至微红色并过量 4 滴,在摇动下,按表 2 加入硫代硫酸钠溶液,加 4 mL 抗坏血酸溶液,5 mL 铬天青 S 溶液,3 mL 聚乙二醇辛基苯基醚溶液,5 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,每加一种试剂均需摇匀,用水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

表 2

| 显色液中铜量/mg | 硫代硫酸钠溶液 | 加入硫代硫酸钠溶液体积/mL |
|-----------|---------|----------------|
| >20~40    | (3, 14) | 3              |
| >5~20     | (3, 14) | 1.5            |
| >2~5      | (3, 15) | 4              |
| <2        | (3, 15) | 2.5            |

5.4.4 将部分试液移入 2 cm 或 1 cm 吸收皿中,以随同试料做空白试验溶液(加入与试料分取量相近的铜量)为参比,于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度。自工作曲线上查出相应的铝量。

## 5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0 mL, 0.50 mL, 1.00 mL, 1.50 mL, 2.00 mL, 2.50 mL 或 0 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 4.00 mL, 5.00 mL, 6.00 mL, 7.00 mL, 8.00 mL 铝标准溶液分别置于一系列已盛有 2 mg 铜溶液的 50 mL 容量瓶中,加水稀释至 20 mL,加 5 mL 氯化铵溶液,以下按 5.4.3~5.4.4 条进行。

5.5.2 减去试剂空白溶液的吸光度,以铝量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

按式(1)计算铝的质量分数(%):

$$w(\text{Al}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m_1$ ——从工作曲线上查得的铝量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至三位小数。若铝含量小于 0.010% 时,表示至四位小数。

## 7 精密度

### 7.1 重复性条款

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

|         |         |         |       |
|---------|---------|---------|-------|
| 铝含量 (%) | 0.004 1 | 0.017   | 0.100 |
| r (%)   | 0.000 5 | 0.001 1 | 0.006 |

### 7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

单位为质量分数

| 铝含量/%            | 允许差/%   |
|------------------|---------|
| 0.000 3~0.000 5  | 0.000 2 |
| >0.000 5~0.001 0 | 0.000 3 |
| >0.001 0~0.002 5 | 0.000 5 |
| >0.002 5~0.005 0 | 0.000 8 |

表 3 (续)

单位为质量分数

| 铝含量/%                   | 允许差/%   |
|-------------------------|---------|
| $>0.005\ 0\sim0.010\ 0$ | 0.001 2 |
| $>0.010\sim0.030$       | 0.003   |
| $>0.030\sim0.050$       | 0.005   |
| $>0.050\sim0.100$       | 0.010   |