

前 言

本标准是对 GB/T 6987.1~6987.21—1986、GB/T 6987.22~6987.23—1987、GB/T 6987.24—1988 的修订,本次修订主要有以下变化:

- 修订前共测定 18 个元素,有 24 个分析方法,修订后共测定 22 个元素,有 32 个分析方法;
 - 新增加了镉、锂、硼、锶四种元素的分析方法,分别是 GB/T 6987.25、GB/T 6987.26、GB/T 6987.27、GB/T 6987.28;
 - 新制定了铜、铬、钛、稀土元素的分析方法,分别是 GB/T 6987.29、GB/T 6987.30、GB/T 6987.31、GB/T 6987.32;
 - 为适应实际情况,GB/T 6987.5、GB/T 6987.9、GB/T 6987.10、GB/T 6987.11、GB/T 6987.12、GB/T 6987.13、GB/T 6987.19、GB/T 6987.20、GB/T 6987.22、GB/T 6987.23、GB/T 6987.24 等 11 个分析方法扩大了元素的分析范围;
 - 其余 13 个分析方法经编辑性整理后予以重新确认。
- 本标准中有 17 个分析方法非等效采用国际标准,具体采用情况见表 1。

表 1

序号	分标准编号	分标准名称	采用国际标准
1	GB/T 6987.1	电解重量法测定铜量	ISO 796:1973
2	GB/T 6987.2	草酰二酰胺分光光度法测定铜量	ISO 795:1976
3	GB/T 6987.3	火焰原子吸收光谱法测定铜量	ISO 3980:1977
4	GB/T 6987.4	邻二氮杂菲分光光度法测定铁量	ISO 793:1973
5	GB/T 6987.5	重量法测定硅量	ISO 797:1973
6	GB/T 6987.6	钼蓝分光光度法测定硅量	ISO 808:1973
7	GB/T 6987.7	高碘酸钾分光光度法测定锰量	ISO 886:1973
8	GB/T 6987.8	EDTA 滴定法测定锌量	ISO 1784:1976
9	GB/T 6987.9	火焰原子吸收光谱法测定锌量	ISO 5194:1981
10	GB/T 6987.11	火焰原子吸收光谱法测定铅量	ISO 4192:1981
11	GB/T 6987.12	二安替吡啉甲烷分光光度法测定钛量	ISO 6827:1981
12	GB/T 6987.14	丁二酮肟分光光度法测定镍量	ISO 3979:1977
13	GB/T 6987.15	火焰原子吸收光谱法测定镍量	ISO 3981:1977
14	GB/T 6987.16	CDTA 滴定法测定镁量	ISO 2297:1973
15	GB/T 6987.17	火焰原子吸收光谱法测定镁量	ISO 3256:1977
16	GB/T 6987.18	火焰原子吸收光谱法测定铬量	ISO 4193:1981
17	GB/T 6987.30	萃取分离-二苯基碳酰二肟分光光度法测定铬量	ISO 3978:1976

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6987.1~6987.21—1986、GB/T 6987.22~6987.23—1987、GB/T 6987.24—1988。

GB/T 6987.1~6987.32—2001

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由东北轻合金有限责任公司、郑州轻金属研究院、抚顺铝厂、兰州铝业股份有限公司西北铝加工分公司、本溪合金有限责任公司、北京有色金属研究总院、西南铝业(集团)有限责任公司、中国长城铝业公司、贵州铝厂起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.1~6987.21—1986；

——GB/T 6987.22~6987.23—1987；

——GB/T 6987.24—1988。

前 言

本标准对 GB/T 6987.19—1986《铝及铝合金化学分析方法 二甲酚橙光度法测定铝量》进行了如下修订：

- 1) 将测定范围由原来的 0.040%~0.40%修订为:0.040%~0.50%。
- 2) 将空白试验所用铝的纯度由 99.99%修订为 99.80%。
- 3) 修订了铝标准贮存溶液的配制及标定方法。
- 4) 将二甲酚橙光度法测定铝的显色酸度由原来的 0.50 mol/L 修订为 0.65 mol/L。
- 5) 修订了硅的质量分数大于 1%铝合金试样的处理方法。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.19—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司负责起草。

本标准由郑州轻金属研究院起草。

本标准主要起草人:路培乾、张元克、郭永恒。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

铝及铝合金化学分析方法
二甲酚橙分光光度法测定锆量

GB/T 6987.19—2001

代替 GB/T 6987.19—1986

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of zirconium content
—Xylenol orange spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中锆含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中锆含量的测定。测定范围:0.040%~0.50%。

2 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解,在高氯酸介质中,加入二甲酚橙显色后,在分光光度计波长 535 nm 处,测量其吸光度。

3 试剂

3.1 铝(99.80%,不含锆)。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 高氯酸 $c(\text{HClO}_4)=6.5 \text{ mol/L}$;移取 275 mL 高氯酸(70.0%~72.0%),以水稀释至 500 mL,混匀(必要时标定)。

3.6 二甲酚橙溶液(1 g/L),贮于棕色瓶中,必要时过滤。

3.7 苦杏仁酸溶液(150 g/L),过滤后使用。

3.8 洗涤液:1 000 mL 水溶液中含有 20 mL 盐酸(3.2)及 50 g 苦杏仁酸。过滤后使用。

3.9 锆标准贮存溶液。

3.9.1 配制:称取氧氯化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)1.77 g 置于 400 mL 烧杯中,加入 100 mL 水及 166 mL 盐酸(3.4)溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 约含 1 mg 锆。

3.9.2 标定:移取 50.00 mL 锆标准贮存溶液(3.9.1)于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.2),加热至近沸,加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(3.7),充分搅拌,置于 80°C 的恒温水浴锅中,保温 30 min 后;取出冷却。用中速滤纸过滤,用洗涤液洗净烧杯,将沉淀全部转移到滤纸上,用洗涤液洗涤沉淀 6 次~8 次,将滤纸及沉淀置于已恒重的铂坩埚中,烘干,灰化,再放入 1 000°C 高温炉中灼烧 2 h~3 h,取出,放入干燥器中冷却 30 min 后称量。按式(1)计算锆的浓度:

$$c = \frac{m \times 0.7403}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——锆标准贮存溶液中锆的浓度,mg/mL;

m ——灼烧后的二氧化锆量,mg;

V ——移取的锆标准贮存溶液的体积,mL;

0.740 3——二氧化锆换算为锆的系数。

3.10 锆标准溶液:移取适量已标定好的锆标准贮存溶液(3.9.1)(25.00 mL左右)于250 mL容量瓶中,加入75 mL盐酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.1 mg锆。

3.11 锆标准溶液:移取50.00 mL锆标准溶液(3.10)于250 mL容量瓶中,加入8 mL盐酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.02 mg锆。

4 仪器

4.1 高温炉(1 000℃±20℃)。

4.2 电热恒温水浴锅。

4.3 分光光度计。

5 试样

将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.500 0 g试样,精确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

称取0.500 0 g铝(3.1)代替试料(6.1),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于250 mL烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为25 mL盐酸(3.4),待剧烈反应停止后,加入1 mL过氧化氢(3.3),缓慢加热至试样完全溶解,煮沸分解过量的过氧化氢,冷却。移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用中速滤纸干过滤。

注:对于试样中硅的质量分数大于1%的铝合金试样,用以下方法代替6.4.1进行。

将试料(6.1)置于300 mL聚四氟乙烯烧杯中,盖上表皿,加入10 mL氢氧化钠溶液(400 g/L),待剧烈反应停止后,滴加1 mL过氧化氢(3.3),用少量水洗表皿和杯壁,加热蒸至浆状,取下冷却,用约30 mL温水冲洗杯壁,缓慢加热使盐类溶解,取下稍冷。加入40 mL盐酸(3.4),摇匀后,加热至溶液清亮,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,用中速滤纸干过滤。

6.4.2 移取5.00 mL滤液(6.4.1)于100 mL容量瓶中,加入10.0 mL高氯酸(3.5),混匀。加入5.00 mL二甲酚橙溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。在室温下放置30 min。

6.4.3 将部分试液(6.4.2)移入1 cm吸收池中,以随同试料所做的空白试验溶液(6.3)为参比,在分光光度计波长535 nm处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锆量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 称取0.500 0 g铝(3.1),按6.4.1制备铝基体溶液。

6.5.2 移取5.00 mL铝基体溶液(6.5.1)于一组100 mL容量瓶中,分别加入0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00,7.00 mL锆标准溶液(3.11),加入10.0 mL高氯酸(3.5),混匀。加入5.00 mL二甲酚橙溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。放置30 min。将部分系列标准溶液移入1 cm吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长535 nm处,测量其吸光度。以锆量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(2)计算锆的质量分数:

$$w(\text{Zr}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: $w(\text{Zr})$ ——锆的质量分数, %;

m_1 ——从工作曲线上查得的锆量, mg;

m_0 ——试料的质量, g。

V_1 ——移取试液体积, mL;

V_0 ——试液总体积, mL。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

%

锆的质量分数	允 许 差
0.040~0.075	0.007
>0.075~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.250~0.500	0.020