

## 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	草酰二酰肼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-二苯基碳酰二肼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

本标准是对 GB/T 6987.5—1986《铝及铝合金化学分析方法 重量法测定硅量》的修订,将测定范围修订为 0.30%~25.00%,其他为编辑性整理。

本标准非等效采用 ISO 797:1973《铝和铝合金—硅量的测定—重量法》。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.5—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。

本标准由抚顺铝厂起草。

本标准主要起草人:侯霞、宫本亭。

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 重量法测定硅量

GB/T 6987.5—2001  
neq ISO 797:1973

代替 GB/T 6987.5—1986

Aluminium and aluminium alloys  
—Determination of silicon content  
—Gravimetric method

### 1 范围

本标准规定了铝及铝合金中硅含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中硅含量的测定。测定范围：0.30%~25.00%。

### 2 方法提要

试料以氢氧化钠溶解，用高氯酸酸化并脱水。过滤、烘干、灼烧并称量二氧化硅。用氢氟酸挥发硅，称量残渣。根据两者称量之差测定硅量。

### 3 试剂

- 3.1 氢氧化钠(聚乙烯瓶装)。
- 3.2 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 3.3 氢溴酸( $\rho$ 1.49 g/mL)。
- 3.4 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.5 氢氟酸( $\rho$ 1.14 g/mL)。
- 3.6 高氯酸(1+2)。
- 3.7 盐酸(1+19)。
- 3.8 硫酸(1+1)。
- 3.9 氢氧化钠溶液(50 g/L, 存贮于聚乙烯瓶中)。
- 3.10 过氧化氢溶液(6%)。
- 3.11 溴水(饱和溶液)。

### 4 仪器

高温炉(额定温度 0℃~1 100℃)。

### 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

6.1.1 按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。过于过共晶的铝-硅合金应按粗细颗粒的比例称取试样。

表 1

硅的质量分数, %	试料, g	氢氧化钠(3.1)量, g	溶解试料加入水的体积, mL	硝酸(3.4)体积, mL	高氯酸(3.2)体积, mL	加入水体积, mL
0.30~3.00	2.000 0	8	15	5	60	30
>3.00~7.00	1.000 0	6	10	5	45	20
>7.00	0.500 0~1.000 0	10	20	5	60	30

6.1.2 对于硅的质量分数大于 3%或镁的质量分数大于 2%的铝合金,按表 2 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 2

硅的质量分数, %	试料, g	氢氧化钠溶液(3.9)体积, mL	氢氧化钠(3.1)量, g	硝酸(3.4)体积, mL	高氯酸(3.2)体积, mL	加入水体积, mL
3.00~7.00	1.000 0	30	4.5	5	45	20
>7.00	0.500 0~1.000 0	30	8.5	5	60	30

6.1.3 对于含锡或锑的铝合金,按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

硅的质量分数, %	锡或锑的质量分数, %	试料, g	溶解试料		高氯酸(3.2)体积, mL	水体积, mL	氢溴酸(3.3)体积, mL	溴水(3.11)体积, mL
			氢氧化钠(3.1), g	加水体积, mL				
0.30~3.00	<6.00	2.000 0	8	15	80	30	15	10
	6.00~20.0	2.000 0	8	15	80	30	30	10
>3.00~7.00	≤6.00	1.000 0	6	10	80	30	10	10
>7.00	≤1.00	0.500 0~1.000 0	10	20	80	30	10	10

## 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

随同试料做空白试验。

## 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1.1)置于 250 mL 镍或银皿中,盖上镍或银表皿,按表 1 加入氢氧化钠(3.1)和水(小心分次加入)。待试料完全溶解,用尽量少的热水洗涤皿盖和皿壁,蒸发至糊状(防止溅出),冷却。滴加 5 mL~6 mL 过氧化氢(3.10)并蒸发至糊状,如有必要,可用过氧化氢(3.10)进行重复处理,稍冷却。

注:对于硅的质量分数大于 3%或镁的质量分数大于 2%的铝合金,用以下方法代替 6.4.1 进行:

将试料(6.1.2)置于 250 mL 镍或银皿中,盖上镍或银表皿。按表 2 加入氢氧化钠溶液(3.9),待剧烈反应后,按表 2 加入氢氧化钠(3.1),加热至完全溶解。用尽量少的热水洗涤表皿和皿壁,蒸发至糊状(防止溅出),冷却。滴加 5 mL~6 mL 过氧化氢(3.10),并蒸发至糊状。如有必要,可用过氧化氢(3.10)进行重复处理,稍冷却。

6.4.2 加入 100 mL 热水并冲洗皿壁,煮沸至盐类溶解,冷却。移入按表 1 盛有硝酸(3.4)、高氯酸(3.2)和水的瓷蒸发皿中,仔细用热水洗涤皿和皿盖,用总量约 10 mL 高氯酸(3.6)分次淋洗粘附于皿和皿盖上的微粒(必要时可用带橡皮头的玻璃棒擦下)。用热水洗涤,将洗涤液合并于主液中。

6.4.3 用玻璃棒搅拌,若试液呈棕色,可加入数滴过氧化氢(3.10)。加热蒸发至有大量高氯酸烟冒出。溶液开始有结晶析出(约当冒高氯酸烟 15 min~20 min 时),冷却。用热水溶解,按试料量将试液的体积稀释约为 200 mL(0.5 g~1 g 试料)或 400 mL(2 g 试料)。用玻璃棒仔细搅拌,加热使盐类完全溶解,加

数滴过氧化氢(3.10)使已析出的二氧化锰溶解。

注：对于含锡或锑的铝合金，以下述方法代替 6.4.1、6.4.2、6.4.3 进行：

根据硅、锡(或锑)的含量将试料(6.1.3)置于 250 mL 镍或银皿中，盖上镍或银表皿。按表 3 加入氢氧化钠(3.1)和水(小心分次加入)，待剧烈反应后，加热至完全溶解。用尽量少的水洗涤表皿和皿壁，蒸发至糊状(防止溅出)，冷却。滴加 5 mL~6 mL 过氧化氢(3.10)并再加热蒸发至糊状；如有必要，可用过氧化氢(3.10)进行重复处理，稍冷却。

加入 100 mL 热水并洗涤皿壁，煮沸至盐类溶解，冷却。移入按表 3 中盛有高氯酸(3.2)和水的瓷蒸发皿中，仔细用热水洗涤皿和皿盖，用总量约 10 mL 高氯酸(3.6)分次淋洗粘附于皿和皿盖上的微粒(必要时，可用带橡皮头的玻璃棒擦下)，用热水洗涤，将洗涤液合并于主试液中。用玻璃棒进行搅拌，若试液呈棕色，可加入数滴过氧化氢(3.10)。煮沸数分钟，然后于通风橱内，按表 3 中的试料量及锡(或锑)的质量分数。小心地分次少量加入溴水(3.11)和氢溴酸(3.3)(见表 3)。逐渐升高温度将试液浓缩至有大量高氯酸白烟冒出。再继续冒烟 5 min 盖上表皿继续加热 20 min，冷却。用热水溶解并稀释体积约为 200 mL(0.5 g~1 g 试料)或 400 mL(2 g 试料)。用玻璃棒小心搅拌，加热使盐类完全溶解，若有二氧化锰析出，可加数滴过氧化氢(3.10)溶解。

6.4.4 用玻璃棒搅拌，使硅酸的微粒成悬浮状态。用中速定量滤纸过滤，用热盐酸(3.7)洗涤滤纸 5 次~6 次，再以沸水充分洗涤至无高氯酸。将滤液和洗涤液收集于烧杯中。

6.4.5 将收集的滤液和洗涤液移入原瓷蒸发皿中，加热蒸发至有大量高氯酸烟冒出，继续冒烟 15 min~20 min，冷却。用热水溶解，将试液的体积稀释约为 200 mL，用另一张中速定量滤纸过滤，用热盐酸(3.7)洗涤滤纸 5 次~6 次，再以沸水洗涤至中性。回收粘附于瓷蒸发皿壁上的少量硅酸。

6.4.6 将两张滤纸连同沉淀置于已恒量的铂坩埚中。于 500 C~600 C 小心灰化完全(勿使滤纸燃着)。在高温炉中于 1 100 C~1 150 C 灼烧 1 h 置于干燥器中冷却，称量。重复灼烧至恒量。

6.4.7 于铂坩埚(6.4.6)中，加入 1 mL~2 mL 硫酸(3.8)和 3 mL~5 mL 氢氟酸(3.5)，蒸发至干[必要时重复用氢氟酸(3.5)处理]，在高温炉中于 1 000 C 灼烧至恒量。

注：加入足量的硫酸(3.8)是必要的，因为可防止钛、锆存在时的部分挥发。

## 7 分析结果的表述

按式(1)计算硅的质量分数：

$$w(\text{Si}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4675}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：w(Si)——硅的质量分数，%；

$m_1$ ——挥发二氧化硅前铂坩埚和试料中二氧化硅的质量，g；

$m_2$ ——挥发二氧化硅后铂坩埚和残渣的质量，g；

$m_3$ ——挥发二氧化硅前铂坩埚和空白试验中二氧化硅的质量，g；

$m_4$ ——挥发二氧化硅后铂坩埚和空白试验中残渣的质量，g；

$m_0$ ——试料的质量，g；

0.4675——二氧化硅换算为硅的系数。

## 8 允许差

试验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4 %

硅的质量分数	允 许 差
0.30~0.50	0.03
>0.50~0.75	0.04
>0.75~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.10

表 4(完)

%

硅的质量分数	允 许 差
>2.00~3.00	0.15
>3.00~4.00	0.20
>4.00~5.00	0.25
>5.00~7.50	0.30
>7.50~10.00	0.35
>10.00~15.00	0.40
>15.00~25.00	0.50