

## 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

本标准是对 GB/T 6987.6—1986《铝及铝合金化学分析方法 铝蓝光度法测定硅量》的重新确认，并进行了编辑性整理。

本标准非等效采用 ISO 808:1973《铝及铝合金—硅量的测定—铝蓝光度法》。本标准测定范围为 0.001%~0.40%。ISO 808:1973 测定范围为 0.02%~0.4%。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.6—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：李 俊、计春雷、张莲芝。

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 钼蓝分光光度法测定硅量

GB/T 6987.6—2001  
neq ISO 808:1973

代替 GB/T 6987.6—1986

### Aluminium and aluminium alloys —Determination of silicon content —Molybdenum blue spectrophotometric 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:0.001%~0.40%。

本标准不适用于含锡的铝合金。

#### 2 方法提要

试料以氢氧化钠和过氧化氢溶解,用硝酸和盐酸酸化。用钼酸盐使硅形成硅钼黄络合物(约pH0.9)用硫酸提高酸度,以1-氨基-2-萘酚-4-磺酸或抗坏血酸为还原剂,使硅形成硅钼蓝络合物。于分光光度计波长810 nm处测定其吸光度。

#### 3 试剂

制备溶液和分析用水均为二次去离子水。

3.1 硝酸[ $c(\text{HNO}_3)=8.0 \text{ mol/L}$ ]:移取540 mL硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ ,优级纯),以水稀释至1 000 mL,混匀。以预先在约110°C干燥过的10.600 g无水碳酸钠进行标定,以甲基红溶液(3.14)为指示剂。理论上应消耗25 mL硝酸。必要时加水或酸调成8 mol/L。

3.2 盐酸[ $c(\text{HCl})=4.4 \text{ mol/L}$ ]:移取352 mL盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ ,优级纯),以水稀释至1 000 mL,混匀。以氢氧化钠溶液(3.4)进行标定。

3.3 硫酸(9+31)。

3.4 氢氧化钠溶液[ $c(\text{NaOH})=8.0 \text{ mol/L}$ ,特纯]:溶解320 g氢氧化钠(塑料瓶装)于水中,冷却后,再以水稀释至1 000 mL,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。用硝酸(3.1)进行标定。以甲基红溶液(3.14)为指示剂。

3.5 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.6 还原溶液

3.6.1 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸(1.5 g/L):用100 mL水溶解7 g无水亚硫酸钠,加入1.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸,搅拌至完全溶解。另外用800 mL水溶解90 g偏二亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )。将此两种溶液混合,用中速定量滤纸滤于1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移入棕色瓶中,使用期不得超过一个月。

3.6.2 抗坏血酸溶液(20 g/L,用时现配)。

3.7 钼酸铵溶液(106 g/L):将53 g钼酸铵[ $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ]溶解于250 mL水中,加入30 mL

氢氧化钠溶液(3.4)混匀,冷却。以水稀释至 350 mL,在不断搅拌下滴加氢氧化钠溶液(3.4)调节溶液至约 pH7.2[用酸度计(4.2)检查];过滤于 500 mL 容量瓶中,以水洗涤并稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

3.8 过氧化氢(6%)。

3.9 亚硫酸钠溶液(100 g/L)。

3.10 基体溶液:于 400 mL 聚乙烯瓶中,加入 40.0 mL 氢氧化钠溶液(3.4),加入 200 mL 水,用 54.0 mL 硝酸(3.1)和 40.0 mL 盐酸(3.2)酸化,冷却。移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

3.11 硅标准贮存溶液

3.11.1 称取 0.214 0 g 预先在 1 000 °C 灼烧至恒重的二氧化硅(优级纯)于铂坩埚中,盖上铂表皿,加入 2 g 碳酸钠和碳酸钾的混合物(1+1),熔融至透明,冷却。用温水溶解熔块,移入聚乙烯杯中,用水稀释至 700 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中定容。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 硅。

3.11.2 称取 0.670 2 g 氟硅酸钠(优级纯)于 500 mL 聚乙烯烧杯中,加入 400 mL 温水,盖上塑料盖。在水浴中加热至完全溶解,继续加热 30 min,随时用聚乙烯棒搅拌,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中。以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 硅。

3.12 硅标准溶液(用时现配):移取 50.00 mL 硅标准贮存溶液(3.11.1 或 3.11.2)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 硅。

3.13 硅标准溶液(用时现配):移取 100.0 mL 硅标准溶液(3.12)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中,此溶液 1 mL 含 0.002 mg 硅。

3.14 甲基红溶液(0.2 g/L):溶解 0.02 g 甲基红于 60 mL 乙醇溶液(95+5)中,以水稀释至 100 mL,混匀。

## 4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 酸度计。

## 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

按表 1 称取试样。精确至 0.000 1 g。

表 1

硅的质量 分数, %	试料, g	酸化用酸体积, mL		移取试液(6.4.2) 体积, mL	补加空白试验 溶液(6.3), mL	吸收池 厚度, cm
		硝酸(3.1)	盐酸(3.2)			
0.001~0.020	1.000 0	27.5	10.0	50.00	—	5
>0.02~0.20	0.250 0	17.0	10.0	50.00	—	1~3
>0.20~0.40	0.250 0	17.0	10.0	25.00	25.00	1

### 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,酸化碱性溶液时用 13.5 mL 硝酸(3.1)和 10.0 mL 盐酸(3.2)。

注：空白试验的吸光度很低，例如不超过在相同条件下测量试样溶液所得吸光度的五分之一。

## 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于100 mL银皿(或坩埚)中，加入10.0 mL氢氧化钠溶液(3.4)，盖上银表皿，缓慢加热(不要煮沸)至完全溶解。加入2 mL过氧化氢(3.8)，加热蒸发至糊状，冷却。用约30 mL温水冲洗银表皿和银皿(或坩埚)壁。缓慢加热(不要煮沸)至盐类溶解。用温水稀释至70 mL~80 mL，加热15 min~20 min(不要煮沸)。

6.4.2 冷却，用聚乙烯棒边搅拌边将碱性试液(6.4.1)移入盛有酸化用酸(见表1)和50 mL温水的400 mL烧杯中[勿使碱性试液(6.4.1)接触杯壁]。用温水洗涤银表皿和银皿(或坩埚)壁[如有氢氧化锰析出粘附在银皿(或坩埚)壁上，可加入少量盐酸(3.2)和数滴亚硫酸钠溶液(3.9)使其溶解，用温水洗入烧杯中]。将试液稀释至约180 mL，加热至近沸，必要时加数滴亚硫酸钠溶液(3.9)使氢氧化锰完全溶解。缓慢煮沸10 s~15 s，冷却。移入250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注：钛含量高时，试液浑浊，用慢速定量滤纸过滤于250 mL容量瓶中。用热水洗滤纸，洗液并入容量瓶中。

6.4.3 按表1移取试液(6.4.2)和补加的随同试料所做的空白试验溶液(6.3)于100 mL容量瓶中，加入15 mL水，加入5 mL钼酸铵溶液(3.7)，混匀。于20℃~30℃放置10 min。

6.4.4 加入5 mL酒石酸溶液(3.5)，15.0 mL硫酸(3.3)，5 mL还原溶液(3.6)，混匀。以水稀释至刻度，混匀。放置10 min。

6.4.5 将部分试液(6.4.4)和随同试料所做的空白试验溶液(6.3)移入吸收池(见表1)中，以水为参比，于分光光度计波长810 nm处测量其吸光度(在30 min内测定完毕)。以试液(6.4.4)的吸光度减去随同试料所做空白试验溶液(6.3)的吸光度。从工作曲线上查出相应的硅量。

## 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0, 2.50, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00 mL硅标准溶液(3.13)和5.00, 10.00, 15.00, 20.00 mL硅标准溶液(3.12)于一组100 mL容量瓶中，各加入25.0 mL基体溶液(3.10)，以水稀释至约65 mL加入5 mL钼酸铵溶液(3.7)，混匀。于20℃~30℃放置10 min。以下按6.4.4进行。

6.5.2 将部分系列标准溶液(6.5.1)移入吸收池(见表1)中，以试剂空白溶液(含基体溶液但不加硅标准溶液者)为参比，于分光光度计波长810 nm处测量其吸光度(在30 min内测定完毕)，以硅量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

## 7 分析结果的表述

按式(1)计算硅的质量分数：

$$w(\text{Si}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{\frac{V_1}{V} \times m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： $w(\text{Si})$ ——硅的质量分数，%；

$m_1$ ——自工作曲线上查得的硅量，mg；

$V_1$ ——移取试液的体积，mL；

$V$ ——试液总体积，mL；

$m_0$ ——试料的质量，g。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表2所列允许差。

表 2

%

硅的质量分数	允 许 差
0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.000 7
>0.005 0~0.007 5	0.001 1
>0.007 5~0.010 0	0.001 5
>0.010~0.025	0.002 5
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.075	0.007
>0.075~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.25~0.40	0.03