

## 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

本标准非等效采用国际标准 ISO 1784:1976《铝合金—锌量的测定—EDTA 滴定法》。采用说明如下:

- 1) 本标准测定范围为 0.10%~14.00%, ISO 1784:1976 的测定范围为 0.1%~12%。
- 2) 修订了 EDTA 标准溶液标定方法,由锌标准溶液直接标定,改为与试料同步操作标定 EDTA 标准溶液,以减少系统误差。
- 3) 变更了滴定温度需冷却至 5℃ 的条件,改为在室温下滴定,以使滴定终点更明显。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.8—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:冯敬东、张爱芬、路 霞。

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 EDTA 滴定法测定锌量

Aluminium and aluminium alloys  
—Determination of zinc content  
—EDTA titrimetric method

GB/T 6987.8—2001  
neq ISO 1784:1976

代替 GB/T 6987.8—1986

### 1 范围

本标准规定了铝及铝合金中锌含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中锌含量的测定。测定范围:0.10%~14.00%。

### 2 方法提要

试料用盐酸溶解,蒸发除去过量的酸,用 2 mol/L 盐酸溶解盐类,过滤除去不溶物。将滤液通过强碱性阴离子交换树脂。用 0.005 mol/L 盐酸洗脱树脂上的锌。以双硫脲为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定锌。

### 3 试剂

- 3.1 强碱性阴离子交换树脂:季胺基聚苯乙烯型(二乙烯基苯的质量分数为 2%~3%)。粒度为 154  $\mu\text{m}$ ~355  $\mu\text{m}$ (+100 目~-50 目)。
- 3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.3 过氧化氢( $\rho$ 1.10 g/mL)。
- 3.4 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸[ $c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}$ ]:移取 167 mL 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)用水稀至 1 000 mL,混匀。
- 3.7 盐酸[ $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ ]:移取 84 mL 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)用水稀至 1 000 mL,混匀。
- 3.8 盐酸[ $c(\text{HCl})=0.005 \text{ mol/L}$ ]:移取 5 mL 盐酸(3.7)用水稀至 1 000 mL,混匀。
- 3.9 乙酸[ $c(\text{CH}_3\text{COOH})=1 \text{ mol/L}$ ]:移取 58 mL 冰乙酸( $\rho$ 1.05 g/mL)用水稀至 1 000 mL,混匀。
- 3.10 乙酸铵溶液(500 g/L)。
- 3.11 丙酮。
- 3.12 石蕊试纸。
- 3.13 精密试纸(pH=5~6,间隔 0.2 单位)。
- 3.14 双硫脲乙醇溶液(0.25 g/L,用时现配)。
- 3.15 锌标准溶液(0.03 mol/L):称取 1.961 7 g 锌于 500 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 50 mL 水及 50 mL 盐酸(3.5),待完全溶解后,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中。以水稀释至刻度,混匀。
- 3.16 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液。
  - 3.16.1 制备:称取 7.5 g EDTA 置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 热水溶解,冷却后,移入 1 000 mL,

容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮于聚乙烯瓶中。

3.16.2 标定:移取 25.00 mL 锌标准溶液(3.15)于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.5)和 0.5 mL 硝酸(3.2),加水使溶液体积约 150 mL,混匀。以下按 6.4.4~6.4.5 操作步骤进行。

3.16.3 按式(1)计算 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $c$ ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$c_0$ ——锌标准溶液的浓度, mol/L;

$V_1$ ——移取锌标准溶液的体积, mL;

$V_2$ ——滴定锌标准溶液所消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL。

#### 4 装置

离子交换柱,用直径为 20 mm,高约 400 mm 并配有活塞的玻璃管,按如下方法制备离子交换柱:用盐酸(3.8)连续洗涤阴离子树脂(3.1)直至洗出液清亮为止,以除去细小颗粒。将树脂浸入盐酸(3.8)中过夜,在玻璃管底部的活塞上放入玻璃纤维以托住树脂。边摇边将树脂悬浮液倒入管中(注意避免形成气泡和沟道),使树脂柱高约 150 mm。用约 100 mL 盐酸(3.8)以 5 mL/min~7 mL/min 速度洗涤交换柱。

用预先已加入 0.5 mL 硝酸(3.2)的 200 mL 盐酸(3.6)以同样的速度通过交换柱,使之达到需要的状态。

注

- 1 制备交换柱和分析时,柱中树脂需用液体覆盖。
- 2 不使用时,交换柱中树脂始终要用盐酸(3.8)覆盖。
- 3 交换柱重复使用前,仍需用预先加入 0.5 mL 硝酸的 200 mL 盐酸(3.6)以 5 mL/min~7 mL/min 的速度通过。

#### 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 2.000 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

随同试料做试剂空白。

##### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 50 mL 的盐酸(3.5)待剧烈反应停止后,滴加过氧化氢(3.3),缓慢加热至试样完全分解,蒸发试液至结晶析出。冷却后加入约 100 mL 盐酸(3.6),加热使盐类溶解。

用预先以热盐酸(3.5)和热水淋洗的慢速滤纸过滤。用 40 mL 热盐酸(3.6)分次淋洗烧杯及滤纸。根据锌量按 6.4.2 或 6.4.3 进行。

6.4.2 锌的质量分数在 0.10%~1.50%时,将滤液和洗涤液收集于 300 mL 烧杯中,冷却,用盐酸(3.6)调整试液体积约 150 mL,加入 0.5 mL 硝酸(3.2)。

6.4.3 锌的质量分数大于 1.50%时,将滤液及洗涤液收集于 200 mL 容量瓶中,冷却。用盐酸(3.6)稀

释至刻度,混匀。

按表 1 移取试液于 300 mL 烧杯中,用盐酸(3.6)稀释至约 150 mL,加入 0.5 mL 硝酸(3.2)。

表 1

锌的质量分数, %	移取试液体积, mL	相当于试料的质量, g
1.50~3.00	100.0	1.000 0
>3.00~6.00	50.00	0.500 0
>6.00~14.00	25.00	0.250 0

6.4.4 将试液(6.4.2 或 6.4.3)以 5 mL/min~7 mL/min 速度通过交换柱,用四份 25 mL 盐酸(3.6)连续洗涤烧杯和交换柱,再用 100 mL 盐酸(3.7)以 5 mL/min~7 mL/min 速度洗涤树脂,弃去洗涤液。

注:如合金中含有铅,盐酸(3.7)用量增加至 200 mL。

用 250 mL 盐酸(3.8)以同样速度通过交换柱,洗脱被树脂吸着的锌。洗脱液收集于 400 mL 烧杯中,浓缩至体积为 100 mL。

6.4.5 将石蕊试纸(3.12)放入洗液中,边搅拌边滴加氨水(3.4),直至试纸变色。

取出石蕊试纸,用水淋洗一下,加入 20 mL 乙酸(3.9)和 10 mL 乙酸铵溶液(3.10)。用精密试纸(3.13)检查溶液是否为 pH5.0~5.5,若不在此范围,可滴加乙酸(3.9)调整,冷却至室温。加入 50 mL 丙酮(3.11),加入 2 mL 双硫脲溶液(3.14),用 EDTA 标准滴定溶液(3.16)滴定至试液从红色变为橙黄色为止。此颜色在过量 2 滴 EDTA 标准滴定溶液下应不变。

## 7 分析结果的表述

按式(2)计算锌的质量分数:

$$w(\text{Zn}) = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 65.39 \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{V_3}{V_4}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $w(\text{Zn})$ ——锌的质量分数, %;

$c$ ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_1$ ——滴定时所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$ ——滴定空白试验溶液所消耗的 EDTA 标准溶液体积, mL;

$V_3$ ——移取试液体积, mL;

$V_4$ ——试液总体积, mL;

65.39——锌的摩尔质量, g/mol;

$m_0$ ——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表 2 所列允许差。

表 2

%

锌的质量分数	允 许 差
0.10~0.50	0.04
>0.50~1.50	0.07
>1.50~3.00	0.10
>3.00~6.00	0.15
>6.00~10.00	0.20
>10.00~14.00	0.30