

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 6987.10—1986《铝及铝合金化学分析方法 苯基荧光酮光度法测定锡量》的修订,其测定范围由 0.005%~0.10%调整为 0.005%~0.35%,其他为编辑性整理。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.10—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。

本标准由东北轻合金有限责任公司起草。

本标准主要起草人:李文志、李学国、刘双庆、高振中、王 涛。

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 苯基荧光酮分光光度法测定锡量

GB/T 6987.10—2001

代替 GB/T 6987.10—1986

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of tin content
—Phenyl fluorone spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中锡含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中锡含量的测定。测定范围:0.005%~0.35%。

2 方法提要

试料以硫酸溶解,过滤回收残渣中锡。在硫酸介质中,用抗坏血酸还原铁,动物胶为分散剂,以苯基荧光酮显色。当钛的质量分数大于0.015%时,空白中加入与试料等量钛抵消其影响。当锆的质量分数大于0.015%时,空白中加入与试料等量锆抵消其影响。于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 铝(99.99%,不含锡、钛和锆)。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.4 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.5 硫酸[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=4.0 \text{ mol/L}$]:移取225 mL硫酸(3.2)于水中,冷却并稀释至1 000 mL,用氢氧化钠溶液(4.0 mol/L)标定。

3.6 硫酸(1+9)。

3.7 硝酸(1+1)。

3.8 酒石酸溶液(50 g/L)。

3.9 抗坏血酸溶液(20 g/L,用时现配)。

3.10 动物胶溶液(2.5 g/L,用时现配)。

3.11 苯基荧光酮溶液(0.3 g/L):称取0.300 g苯基荧光酮溶于500 mL无水乙醇中,加入30 mL硫酸(3.5),20 mL水,放置一天,过滤于1 000 mL容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,混匀。

3.12 铝溶液(2.5 mg/mL):称取0.625 g预先酸洗的铝(3.1),置于400 mL烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为24.5 mL的硫酸(3.5),加热至完全溶解,冷却。移入250 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.13 锡标准贮存溶液:称取0.200 0 g锡,置于100 mL烧杯中,加入10.0 mL硫酸(3.2),加热至完全溶解,继续加热至冒白烟,冷却。加入25.0 mL硫酸(3.2),以硫酸(3.6)洗入1 000 mL容量瓶中,用硫酸(3.6)稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含0.2 mg锡。

3.14 锡标准溶液:移取 12.50 mL 锡标准贮存溶液(3.13)于 500 mL 容量瓶中,用硫酸(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 锡。

3.15 钛溶液(0.1 mg/mL):称取 0.100 0 g 钛,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(3.2)加热至完全溶解,冷却。移入含有 200 mL 水的 400 mL 烧杯中,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.16 锆溶液(0.1 mg/mL):称取 0.100 0 g 锆,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(3.2)加热至完全溶解,冷却。移入含有 200 mL 水的 400 mL 烧杯中,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4 仪器

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

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

锡的质量分数, %	试料, g	溶解试样用硫酸(3.5)体积	试液总体积	移取体积	补加硫酸(3.5)体积
		mL			
0.005 0~0.040 0	0.250 0	19.0	100	20.00	—
>0.040 0~0.100 0				5.00	2.40
>0.100 0~0.350 0	0.200 0	42.0	250	5.00	2.40

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

按表 1 随同试料称取纯铝(3.1)做空白试验。当试样中钛的质量分数大于 0.015% 时,加入与试料等量的钛。当试样中锆的质量分数大于 0.015% 时,加入与试料等量的锆。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,盖上表皿。按表 1 加入硫酸(3.5),待剧烈反应停止后,加入数滴过氧化氢(3.4),缓慢加热至完全溶解。用慢速定量滤纸过滤于适当的容量瓶中(见表 1“试液总体积”),用水洗涤烧杯和沉淀 8 次~10 次。

将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,烘干后于 500 C~600 C 灰化完全(勿使滤纸燃着),冷却。加入 5 滴~6 滴硫酸(3.5),2 mL 氢氟酸(3.3),滴加硝酸(3.7)至溶液清亮,加热蒸发至无硫酸烟,于 700 C 灼烧数分钟,冷却。加入数滴硫酸(3.5),洗入少量水,加热至残渣完全溶解(必要时过滤),将此溶液合并于主滤液中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 移取试液(6.4.1)于 50 mL 容量瓶中并补加硫酸(3.5)。加入 2 mL 酒石酸溶液(3.8),5 mL 抗坏血酸溶液(3.9),2 mL 动物胶溶液(3.10),2.5 mL 苯基荧光酮溶液(3.11)。以水稀释至刻度,混匀。放置 40 min。

6.4.3 将部分试液(6.4.2)移入 2 cm 吸收池中,以随同试料所做的空白试验溶液(6.3)为参比,于分光

光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锡量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 mL 锡标准溶液(3.14)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 20.0 mL 铝溶液(3.12),依次补加 1.90, 1.60, 1.40, 1.00, 0.50 和 0 mL 硫酸(3.5)。加入 2 mL 酒石酸溶液(3.8)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.9)、2 mL 动物胶溶液(3.10)、2.5 mL 苯基荧光酮溶液(3.11)。以水稀释至刻度,混匀。放置 40 min。

6.5.2 将部分标准系列溶液(6.5.1)移入 2 cm 吸收池中,以试剂空白溶液(不加锡标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以锡量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算锡的质量分数:

$$w(\text{Sn}) = \frac{m_1}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: $w(\text{Sn})$ ——锡的质量分数, %;

m_1 ——从工作曲线上查得的锡量, g;

m_0 ——称取试料的质量, g;

V_1 ——移取试液的体积, 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 2 所列允许差。

表 2

%

锡的质量分数	允许差
0.005~0.010	0.001
>0.010~0.025	0.002
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.10	0.01
>0.10~0.25	0.02
>0.25~0.35	0.03