



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.23—2008
代替 GB/T 6987.23—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 23 部分：锑含量的测定 碘化钾分光光度法

专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 23: Determination of antimony content—
Potassium iodide spectrophotometric method

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 3 部分:铜含量的测定
- 第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- 第 5 部分:硅含量的测定
- 第 6 部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 8 部分:锌含量的测定
- 第 9 部分:锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:锡含量的测定
- 第 11 部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:钛含量的测定
- 第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胍分光光度法
- 第 14 部分:镍含量的测定
- 第 15 部分:硼含量的测定
- 第 16 部分:镁含量的测定
- 第 17 部分:锶含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 18 部分:铬含量的测定
- 第 19 部分:锆含量的测定
- 第 20 部分:镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法
- 第 21 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 22 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法
- 第 23 部分:铈含量的测定 碘化钾分光光度法
- 第 24 部分:稀土总含量的测定
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为第 23 部分。

本部分代替 GB/T 6987.23—2001《铝及铝合金化学分析方法 碘化钾分光光度法测定铈量》。

本部分与 GB/T 6987.23—2001 相比主要变化如下:

- 增加了“8.1 重复性”条款;
- 增加了“9 质量保证与控制”条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分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。

本部分起草单位:东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人:周兵、董晓林、王志超、刘昕、王涛、席欢、葛立新、朱玉华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6987.23—1986、GB/T 6987.23—2001。

铝及铝合金化学分析方法

第 23 部分: 铈含量的测定

碘化钾分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中铈含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中铈含量的测定。测定范围: 0.004%~0.25%。

2 方法提要

试料以氢氧化钠溶解, 在硫酸介质中, 用硫脲掩蔽铜, 抗坏血酸掩蔽铁, 碘化钾显色, 于分光光度计波长 330 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 铝($\geq 99.97\%$, 不含铈)。

3.2 硫酸($\rho 1.84$ g/mL)。

3.3 硫酸(1+2.6, 约 5 mol/L)。

3.4 硫酸(约 2.5 mol/L): 将硫酸(3.3)稀释一倍。

3.5 碘化钾溶液(550 g/L)。

3.6 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.7 抗坏血酸溶液(150 g/L, 用时现配)。

3.8 硫脲溶液(100 g/L)。

3.9 硫酸铁铵溶液(含 Fe 为 0.5 mg/mL): 称取 1.08 g 硫酸铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于含有 25 mL 硫酸(3.4)的水中, 移入 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.10 铈标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 铈粉于 100 mL 烧杯中, 加入 5 mL 硫酸(3.2), 加热溶解, 待溶解完全后, 用硫酸(3.3)洗入 1 000 mL 容量瓶中, 以硫酸(3.3)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铈。

3.11 铈标准溶液: 移取 25.00 mL 铈标准贮存溶液(3.10)于 250 mL 容量瓶中, 加入 25 mL 水, 用硫酸(3.4)稀释至刻度, 混匀。此溶液(硫酸浓度约 2.5 mol/L)1 mL 含 0.01 mg 铈。

4 仪器

紫外分光光度计, 带石英吸收池。

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 1.00 g 试样(5), 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 1.00 g 铝(3.1),加入与试料相应含量的铁(3.9),随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.6)。待剧烈反应停止后,缓慢加热至溶解完全。

6.4.2 取下,稍冷。加入 63 mL 硫酸(3.3),加热溶解盐类并蒸发至体积约 70 mL,稍冷。

6.4.3 用中速定量滤纸将试液过滤于 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤烧杯和滤纸,冷却。用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 当锑的质量分数在 0.004%~0.06%范围时,移取 25.00 mL 试液(6.4.3)于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫脲溶液(3.8),5 mL 抗坏血酸溶液(3.7),10 mL 碘化钾溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。以下按 6.4.5 进行。

当锑的质量分数在 ≥0.06%~0.25%范围时,移取 5.00 mL 试液(6.4.3)于 50 mL 容量瓶中,加入 22.0 mL 硫酸(3.4),加入 5 mL 硫脲溶液(3.8),5 mL 抗坏血酸溶液(3.7),10 mL 碘化钾溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。以下按 6.4.5 进行。

6.4.5 将部分试液(6.4.4)于 1 cm 石英吸收池中,以空白试验溶液(6.3)为参比,于紫外分光光度计波长 330 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锑量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0、1.00、4.00、8.00、12.00、15.00 mL 锑标准溶液(3.11)于一组 50 mL 容量瓶中,依次补加 28.0、27.0、24.0、20.0、16.0、13.0 mL 硫酸(3.4)。加入 5 mL 硫脲溶液(3.8),5 mL 抗坏血酸溶液(3.7),10 mL 碘化钾溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

6.5.2 将部分系列标准溶液(6.5.1)分别于 1 cm 石英吸收池中,以试剂空白(未加锑标准溶液者)为参比,于紫外分光光度计波长 330 nm 处测量其吸光度。以锑量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算锑的质量分数(%):

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

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的锑量,单位为克(g);

m_0 ——称取试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——移取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得。

锑的质量分数/%:	0.006 5	0.013	0.062 6	0.233
重复性限 r /%:	0.000 90	0.001 2	0.007 7	0.013

8.2 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

铈的质量分数/%	允许差/%
0.004~0.010	0.001
>0.010~0.025 0	0.002
>0.025 0~0.050	0.003
>0.050~0.10	0.008
>0.10~0.25	0.015

9 质量控制与保证

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

Macy 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝及铝合金化学分析方法
第 23 部分: 铈含量的测定
碘化钾分光光度法
GB/T 20975.23—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-31674

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68533533



GB/T 20975.23-2008