

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 6987.2—1986《铝及铝合金化学分析方法 草酰二酰肼光度法测定铜量》的重新确认,并进行了编辑性整理。

本标准非等效采用国际标准 ISO 795:1976《铝及铝合金-铜量的测定-草酰二酰肼光度法》。本标准测定范围为 0.001%~0.80%,ISO 795:1976 测定范围为 0.002%~0.80%。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.2—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:方颖、冯颖新、于敏。

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 草酰二酰肼分光光度法测定铜量

GB/T 6987.2—2001
neq ISO 795:1976

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of copper content
—Oxalyldihydrazide spectrophotometric method

代替 GB/T 6987.2—1986

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中铜含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中铜含量的测定。测定范围:0.001%~0.80%。

2 方法提要

试料以盐酸溶解,在乙醛存在下,调节试液至 pH9.1~9.5,铜与草酰二酰肼显色。于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.4 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 柠檬酸溶液(500 g/L)。

3.8 乙醛溶液[(2+5),在冷水浴中配制]。

3.9 草酰二酰肼溶液(2.5 g/L)。

3.10 铜标准贮存溶液

3.10.1 称取 1.000 g 铜(纯度>99.9%)置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 水和 10 mL 硝酸(3.5),盖上表皿。待完全溶解后,置于水浴上蒸发至结晶开始析出,以水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

3.10.2 移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液(3.10.1)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 铜。

3.11 铜标准溶液(用时现配):移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液(3.10.2)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 铜。

3.12 铜标准溶液(用时现配):移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液(3.10.2)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.5 μ g 铜。

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

铜的质量 分数, %	试料, g	试液总体积, mL	移取试液体积, mL	加入柠檬酸(3.7) 体积, mL	吸收池厚度, cm
0.001~0.020	2.000 0	100	10.00	3	3
>0.020~0.080	1.000 0	200	10.00	2	1
>0.080~0.200	1.000 0	500	10.00	2	1
>0.20~0.40	1.000 0	500	5.00	2	1
>0.40~0.80	0.5000	500	5.00	2	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。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 20 mL 水,缓慢加入 30 mL 盐酸(3.1)并缓慢加热至试料完全溶解。滴加 1 mL 过氧化氢(3.4),煮沸,蒸发至糊状。

注:硅的质量分数大于 1% 的铝合金应按以下操作:

将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 20 mL 水,缓慢加入 30 mL 盐酸(3.1)并缓慢加热至试料完全溶解。滴加 1 mL 过氧化氢(3.4),煮沸。用水稀释至 70 mL~80 mL,冷却。用两层中速定量滤纸过滤,用沸水洗涤烧杯和滤纸,收集滤液于 250 mL 烧杯中。将滤纸和残渣置于铂坩锅中,于 110℃~120℃ 烘干,在不超过 600℃ 时小心灰化完全(勿使滤纸燃着),冷却。加入 5 mL 氢氟酸(3.2)和 1 mL 硫酸(3.6),滴加硝酸(3.5)至溶液清亮。蒸发至冒尽硫酸烟,冷却。加入数毫升热水和 1 滴~2 滴盐酸(3.1),缓慢加热溶解盐类(必要时过滤)。将此溶液合并于含有滤液和洗涤液的 250 mL 烧杯中,蒸发至糊状。

6.4.2 加入 50 mL 热水,加热溶解盐类,冷却。按表 1 移入(如需要可过滤)适当的容量瓶(见“试液总体积”)中。以水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 按表 1 移取试液(6.4.2)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,按表 1 加入柠檬酸溶液(3.7),加入 10 mL 乙醛溶液(3.8)。用滴定管滴加氨水(3.3),调节试液至 pH9.3±0.2[用酸度计(4.2)检查],记录滴加氨水(3.3)的毫升数。弃去此预试验溶液。

6.4.4 按表 1 移取试液(6.4.2)于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 水,按表 1 加入柠檬酸溶液(3.7),混匀。按 6.4.3 中记录的毫升数加入氨水(3.3),加入 10 mL 乙醛溶液(3.8)和 10 mL 草酰二酰肼溶液(3.9),冷却至约 20℃。以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

6.4.5 将部分试液(6.4.4)移入吸收池(见表 1)中,以随同试料所做的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铜量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.1)和 1 mL 过氧化氢(3.4),蒸发至近干。加入 50 mL 水,加热煮沸 5 min,冷却。移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 移取 10 mL 溶液(6.5.1)于 100 mL 烧杯中,加入 10.00 mL 铜标准溶液(3.11)和 2 mL 柠檬酸溶液(3.7),混匀。加入 10 mL 乙醛溶液(3.8),用滴定管滴加氨水(3.3),调节试液至 pH9.3±0.2[用酸度计(4.2)检查],记录滴加氨水(3.3)的毫升数。弃去此预试验溶液。

6.5.3 移取 0,0.80,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 铜标准溶液(3.12)和 6.00,8.00,10.00 mL 铜标准溶液(3.11)。于一组 50 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 溶液(6.5.1)和 2 mL 柠檬酸溶液(3.7),混匀。按 6.5.2 记录的毫升数加入氨水(3.3),加入 10 mL 乙醛溶液(3.8),冷却至约 20℃,加入 10 mL 草酰二肼溶液(3.9),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

6.5.4 将部分系列标准溶液(6.5.3)移入吸收池(见表 1)中,以试剂空白溶液(不加铜标准溶液者)为参比。于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铜的质量分数:

$$w(\text{Cu}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{\frac{V_1}{V} \times m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: $w(\text{Cu})$ ——铜的质量分数,%;

m_1 ——从工作曲线上查得的铜量,μg;

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表 2 所列允许差。

表 2

%

铜的质量分数	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 0
>0.007 5~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.025 0	0.002 5
>0.025 0~0.050 0	0.005 0
>0.050 0~0.075 0	0.007 5
>0.075 0~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.250~0.500	0.020
>0.50~0.80	0.03