

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 6987.3—1986《铝及铝合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜量》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 3980:1977《铝及铝合金—铜量的测定—原子吸收分光光度法》。

本标准的附录 A 为提示的附录。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.3—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:郭 阳、于利军、关性媛。

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 火焰原子吸收光谱法测定铜量

GB/T 6987.3—2001
neq ISO 3980:1977

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of copper content
—Flame atomic absorption spectrometric method

代替 GB/T 6987.3—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:0.005%~5.00%。

2 方法提要

试样用盐酸和过氧化氢溶解,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,用空气-乙炔(或一氧化二氮-乙炔)贫燃性火焰进行铜量测定。

3 试剂

3.1 铝(99.99%,不含铜)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL),优级纯。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.4 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.00 g 经酸洗的铝(3.1)置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 600 mL 的盐酸(3.5),再加一滴汞助溶。待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,然后加入数滴过氧化氢(3.4),煮沸数分钟以分解过量的过氧化氢,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.8 铜标准贮存溶液:称取 1.000 g 电解铜(纯度>99.95%),置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 5 mL 硝酸(3.3),缓慢加热至完全溶解,冷却。将溶液移入 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。

3.9 铜标准溶液(用时现配):移取 100.00 mL 铜标准贮存溶液(3.8)置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。

3.10 铜标准溶液(用时现配):移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液(3.8)置于 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。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

灵敏度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 $0.46 \mu\text{g/mL}$ 。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零浓度”溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

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 1.000 g 试样。精确至 0.001 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 1.000 g 铝(3.1),精确至 0.001 g,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 30 mL~40 mL 水,分次加入总量为 30 mL 盐酸(3.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至试料完全溶解。滴加适量的过氧化氢(3.4),加热煮沸 10 min,以除去过量的过氧化氢,冷却。

6.4.2 如有不溶物需过滤、洗涤,保留此溶液为主滤液,将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(勿使滤纸燃着),在约 550°C 灼烧,冷却。加入 2 mL 硫酸(3.6)和 5 mL 氢氟酸(3.2),并逐滴加入硝酸(3.3)至溶液清亮(约 1 mL),加热蒸发至干。在约 700°C 下灼烧 10 min,冷却。用尽量少的盐酸(3.5)溶解残渣(必要时过滤),将此溶液合并于主滤液中。

6.4.3 根据试料中铜含量按下述操作:

铜的质量分数在 $0.005\% \sim 0.05\%$ 时,将溶液(6.4.1)或处理不溶物后合并的溶液(6.4.2)移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

铜的质量分数在 $>0.05\% \sim 0.50\%$ 时,将溶液(6.4.1)或处理不溶物后合并的溶液(6.4.2)移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

铜的质量分数在 $>0.50\% \sim 5.00\%$ 时,将溶液(6.4.1)或处理不溶物后合并的溶液(6.4.2)移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。再移取 20.00 mL 此溶液于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 将随同试料所作的空白试验溶液(6.3)及根据试料中铜含量而制备的试液(6.4.3)于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,用空气-乙炔(或一氧化二氮-乙炔)贫燃性火焰,以水调零,测量试液的吸光度,从工作曲线上查得相应的铜量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 铜的质量分数为 $0.005\% \sim 0.05\%$ 时,移取 0,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 铜标准溶液(3.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 铝溶液(3.7),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 铜的质量分数为 $>0.05\% \sim 0.5\%$ 时,移取 0,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 铜标准溶液(3.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 铝溶液(3.7),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.3 铜的质量分数为 $>0.5\% \sim 5.00\%$ 时,移取 0, 2.00, 4.00, 8.00, 12.00, 16.00, 20.00 mL 铜标准溶液(3.9),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 铝溶液(3.7),以水稀释至刻度,混匀。

6.6 测量

将系列标准溶液(6.5.1), (6.5.2)和(6.5.3)于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,用空气-乙炔(或一氧化二氮-乙炔)贫燃性火焰,以水调零,测量系列标准溶液和“零浓度”溶液(不加铜标准溶液者)的吸光度,以铜量为横坐标,吸光度(减去“零浓度”溶液吸光度)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:

$$w(\text{Cu}) = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^{-3} \times R}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: $w(\text{Cu})$ ——铜的质量分数, %;

m_1 ——自工作曲线上查得的随同试料所作的空白试验溶液的铜量, mg;

m_2 ——自工作曲线上查得的试液的铜量, mg;

m_0 ——试料的质量, g;

R ——稀释系数, 6.4.3 中三种情况的 R 值分别为 1、10 和 25。

8 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

%

铜的质量分数	允许差
0.005 0~0.007 5	0.001 0
$>0.007 5 \sim 0.010$	0.001 5
$>0.010 \sim 0.025$	0.002
$>0.025 \sim 0.050$	0.003
$>0.050 \sim 0.075$	0.006
$>0.075 \sim 0.100$	0.010
$>0.100 \sim 0.250$	0.015
$>0.25 \sim 0.50$	0.02
$>0.50 \sim 0.75$	0.03
$>0.75 \sim 1.00$	0.04
$>1.00 \sim 2.00$	0.05
$>2.00 \sim 3.00$	0.07
$>3.00 \sim 4.00$	0.10
$>4.00 \sim 5.00$	0.12

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 Z-8000 型原子吸收光谱仪测定铜量的工作条件如表 A1。

表 A1

波长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm	观测高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
324.8	7.5	1.3	7.5	9.5	2.3
