

## 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 6987.4—1986《铝及铝合金化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》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 793:1973《铝及铝合金—铁量的测定—邻二氮杂菲光度法》。采用说明如下:

- 1) 本标准测定范围为 0.001%~3.5%,ISO 793:1973 的测定范围为 0.05%~2.50%。
- 2) 本标准待试料溶解后,滴加过氧化氢进一步助溶。
- 3) 增加了铁的质量分数小于 0.01%时,需滴加氯化镍溶液,以提高试料溶解速度。
- 4) 本标准中邻二氮杂菲溶液加入量为 20 mL,ISO 793:1973 中邻二氮杂菲溶液加入量为 10 mL。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.4—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:王桂珍、孟莲芝。

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 邻二氮杂菲分光光度法测定铁量

GB/T 6987.4—2001  
neq ISO 793:1973

代替 GB/T 6987.4—1986

### Aluminium and aluminium alloys —Determination of iron content —Orthophenanthroline photometric method

#### 1 范围

本标准规定了铝及铝合金中铁含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中铁含量的测定。测定范围:0.001%~3.5%。

#### 2 方法提要

试料以盐酸溶解,用盐酸羟胺还原铁,控制试液 pH3.5~4.5,二价铁离子与邻二氮杂菲显色,于分光光度计波长 510 nm 处测定其吸光度。

#### 3 试剂

3.1 盐酸(5+1)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 氢氧化钠溶液(200 g/L,贮存于塑料瓶中)。

3.4 氯化镍( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶液(1 g/L)。

3.5 过氧化氢( $\rho$ 1.11 g/mL)。

3.6 盐酸羟胺溶液(10 g/L)。

3.7 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 2.5 g 邻二氮杂菲( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )或 3 g 盐酸邻二氮杂菲( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ )溶解于温水中,冷却。以水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.8 缓冲溶液:称取 272 g 乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )以 500 mL 水溶解,过滤后,加入 240 mL 冰乙酸( $\rho$ 1.05 g/mL),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.9 混合溶液:将盐酸羟胺溶液(3.6),邻二氮杂菲溶液(3.7)和缓冲溶液(3.8)以(1+1+3)的体积相混合,贮存于棕色瓶中。贮存期不超过四周。

##### 3.10 铁标准贮存溶液

3.10.1 称取 1.404 5 g 硫酸亚铁胺 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 烧杯中,加入少量水和 20 mL 盐酸(3.2),待溶解后,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 0.2 mg 铁。

3.10.2 称取 0.286 0 g 预先在 600℃下灼烧过的三氧化二铁,置于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.2),加热至完全溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 铁。

3.11 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.10.1 或 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 0.01 mg 铁(用时现配)。

#### 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

称取 0.500 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,分次加入总量为 15 mL 的盐酸(3.2),待剧烈反应后,缓慢加热至完全溶解,滴加 7 滴~8 滴过氧化氢(3.5),加热驱除过剩的过氧化氢[当铁的质量分数小于 0.01% 时,加入 7 滴~8 滴氯化镍溶液(3.4)助溶,继续加热至糊状,加入 20 mL 水微热溶解盐类],冷却。如有不溶物时应用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤。滤液及洗涤液收集于 250 mL 烧杯中。

注:对于不易被盐酸溶解的铝及铝合金试料,用以下方法代替 6.4.1 进行:

将试料(6.1)置于 100 mL 的银皿(或银杯)中,小心地加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.3),盖上银表皿。加热至试样完全溶解,煮沸 2 min~3 min。若试样中硅的质量分数大于 4% 时,将试液在稍低于沸点的温度下保持 20 min,小心补加因蒸发而损失的水量,煮沸 2 min~3 min。以水洗皿壁及表皿并将试液稀释至 25 mL,加入 20 mL 盐酸(3.1),微沸至溶液清亮,冷却。如有不溶物用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤滤纸和残渣。滤液及洗涤液收集于 250 mL 烧杯中,冷却。

##### 6.4.2 根据试样中铁含量分别按下述操作:

铁的质量分数在 0.001%~0.006% 时,将试液(6.4.1)全部移入 50 mL 容量瓶中。

铁的质量分数在 >0.006%~0.025% 时,将试液(6.4.1)全部移入 100 mL 容量瓶中。

铁的质量分数在 >0.025%~0.150% 时,将试液(6.4.1)全部移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取此溶液于 100 mL 容量瓶中。

铁的质量分数在 >0.150%~3.50% 时,将试液(6.4.1)全部移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取此溶液于 100 mL 容量瓶中。

表 1

铁的质量分数, %	试液总体积, mL	移取试液体积, mL	吸收池厚度, cm
0.001~0.006	全部		5
>0.006~0.025	全部		2
>0.025~0.150	250	50	2
>0.15~0.50	500	25	2
>0.5~1.0	500	20	2
>1.0~2.0	500	10	2
>2.0~3.5	500	10	1

6.4.3 加入 25 mL 混合溶液(3.9),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

注：当试液中有大量的铜、锌、镍存在时，在给定的酸度下加入过量的邻二氮杂菲溶液，使之形成可溶性的无色络合物，以消除干扰。对于铜的质量分数5%~11%，锌的质量分数4%~13%或镍的质量分数2%~3%的铝合金；铜、锌、镍总量20%以内的铝合金，用以下方法代替6.4.3进行：

按表1移取试液于100 mL容量瓶中，加入25 mL混合溶液(3.9)和20 mL邻二氮杂菲溶液(3.7)(在绘制工作曲线时，也要加入相应量的邻二氮杂菲溶液。)，以水稀释至刻度，混匀。放置30 min。

6.4.4 将部分试液(6.4.3)移入相应的吸收池(见表1)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铁量。

## 6.5 工作曲线的绘制

### 6.5.1 系列标准溶液的制备

#### 6.5.1.1 适用于质量分数为0.001%~0.006%的铁含量

移取0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 mL铁标准溶液(3.11)，分别置于一组50 mL容量瓶中。

#### 6.5.1.2 适用于质量分数为>0.006%~0.025%的铁含量

移取0, 3.00, 6.00, 9.00, 12.00, 15.00 mL铁标准溶液(3.11)，分别置于一组100 mL容量瓶中。

#### 6.5.1.3 适用于质量分数为>0.025%~2.00%的铁含量

移取0, 2.50, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00 mL铁标准溶液(3.11)，分别置于一组100 mL容量瓶中。

#### 6.5.1.4 适用于质量分数为>2.00%~3.50%铁含量

移取0, 15.00, 20.00, 25.00, 30.00, 40.00 mL铁标准溶液(3.11)，分别置于一组100 mL容量瓶中。

### 6.5.2 显色

于制备的标准溶液(6.5.1.1)，(6.5.1.2)，(6.5.1.3)和(6.5.1.4)中，加入25 mL混合溶液(3.9)，以水稀释至刻度，混匀。放置30 min。

### 6.5.3 测量

将部分系列标准溶液(6.5.2)移入相应的吸收池(见表1)中，以试剂空白溶液(未加铁标准溶液者)为参比，于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度。以铁量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

## 7 分析结果的表述

按式(1)计算铁的质量分数：

$$w(\text{Fe}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： $w(\text{Fe})$ ——铁的质量分数，%；

$m_1$ ——从工作曲线上查得的铁量，mg；

$V_1$ ——移取试液的体积，mL；

$V_0$ ——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

%

铁的质量分数	允 许 差
0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.007 5	0.000 7
>0.007 5~0.010 0	0.001 0
>0.010 0~0.025 0	0.002 5
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.075	0.008
>0.075~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.25~0.50	0.03
>0.50~0.75	0.04
>0.75~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.08
>2.00~3.50	0.10