

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 6987.7—1986《铝及铝合金化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量》的重新确认,将原标准试样中锡的质量分数小于 0.2%,铈的质量分数小于 0.1%,锆的质量分数小于 0.4%,调整为锡的质量分数小于 0.35%,铈的质量分数小于 0.25%,锆的质量分数小于 0.5%,不影响测定;其他为编辑性整理。

本标准非等效采用国际标准 ISO 886:1973《铝及铝合金—锰量的测定—光度法》。本标准测定范围 0.004%~1.80%,ISO 886:1973 测定范围 0.005%~1.5%。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.7—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:胡智敏、刘双庆、王 涛、周 兵。

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 高碘酸钾分光光度法测定锰量

GB/T 6987.7—2001
neq ISO 886:1973

代替 GB/T 6987.7—1986

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of manganese content¹⁾
—Potassium periodate spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中锰含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中锰含量的测定。测定范围:0.004%~1.80%。

2 方法提要

试料以氢氧化钠溶解,用硫酸、硝酸酸化,在磷酸存在下,用高碘酸钾氧化显色。于分光光度计波长525 nm处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 氢氧化钠(200 g/L)。

3.7 氟硼混合酸:将800 mL在20℃下饱和的硼酸溶液与200 mL氢氟酸(3.4)置于塑料瓶中混匀。

3.8 高碘酸钾溶液(50 g/L):称取5 g高碘酸钾溶于水中,加入20 mL硝酸(3.2),以水稀释至100 mL,混匀。

3.9 亚硝酸钠溶液(20 g/L)。

3.10 亚硫酸钠溶液(10 g/L):将1 g亚硫酸钠溶于100 mL硫酸(1+20)中,混匀。

3.11 无还原剂的水:于每升水中,加入10 mL硫酸(3.5)酸化并煮沸,加入少量高碘酸钾,继续煮沸约10 min,冷却后备用。

3.12 锰标准贮存溶液:称取1.000 g锰于烧杯中,加入20 mL硫酸(3.5)和约80 mL水,溶解后煮沸3 min,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1 mg锰。

3.13 锰标准溶液:移取50.00 mL锰标准贮存溶液(3.12)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锰。

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

锰的质量分数, %	试料, g	试液总体积	移取试液体积	补加酸体积, mL	
		mL		硝酸(3.2)	硫酸(3.5)
0.004~0.100	1.000 0	100	全部	0	3.0
>0.100~0.400	0.500 0	100	20.00	8.0	12.0
>0.400 0~1.000 0			10.00	9.0	14.0
>1.000~1.800 0		250		10.0	14.5

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,按如下步骤进行。

于 250 mL 烧杯中,加入 8 mL 硝酸(3.2),12 mL 硫酸(3.5),蒸发至干(注意不要烧焦)。用少量温水溶解残渣,加入 2 mL 硝酸(3.2),18 mL 硫酸(3.5),40 mL 氢氧化钠溶液(3.6),混匀。加热至溶液清亮,冷却。加 5 mL 磷酸(3.3),用水稀释至约 70 mL,以下按 6.4.3 和 6.4.4 进行。

注:对于试样中硅的质量分数大于 10%和锰的质量分数小于 0.1%的铝合金试样,用下述操作代替 6.3 进行:

于 250 mL 烧杯中,加入 8 mL 硝酸(3.2),12 mL 硫酸(3.5)并蒸发至干(注意不要烧焦),用少量温水溶解残渣。加入 2 mL 硝酸(3.2),8 mL 硫酸(3.5),用水(3.11)稀释至约 60 mL,加入 2 mL 氟硼混合酸(3.7),5 mL 磷酸(3.3),用水(3.11)稀释至约 70 mL。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂(或镍)皿中,盖上铂(或镍)表皿,分次加入总量为 40 mL 氢氧化钠溶液(3.6),加热溶解后蒸发至糊状,稍冷。用尽量少的温水洗涤皿壁及皿盖,微热,使盐类溶解。将溶液小心移入预先盛有 30 mL 硫酸(3.5)和 10 mL 硝酸(3.2)的 250 mL 烧杯中。粘附在铂(或镍)皿壁上的氢氧化锰沉淀用少量微沸的亚硫酸钠溶液(3.10)溶解,将溶液合并于原试液中,用温水洗涤铂(或镍)皿,将试液加热至清亮。

6.4.2 按表 1 将试液移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀并按表 1 移取相应量试液于 250 mL 烧杯中,按表 1 补加相应量的酸,以水稀释至约 65 mL。

注:对于试样中硅的质量分数大于 10%和锰的质量分数小于 0.1%的铝合金试样,用下述操作代替 6.4.1 和 6.4.2 进行:

将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 20 mL 硫酸(3.5),10 mL 硝酸(3.2),2 mL 氟硼混合酸(3.7),微热至试料完全溶解,加热至沸,除尽氮氧化物。用温水稀释至约 50 mL,加入少量滤纸浆,加热数分钟,用慢速滤纸过滤,用温水洗涤,收集滤液于 250 mL 烧杯中。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,于 500 C~600 C 灰化完全(勿使滤纸燃着),冷却。加入数滴硫酸(3.1),2 mL~5 mL 氢氟酸(3.4),滴加硝酸(3.2)至溶液清亮。蒸发至干,于 700 C 灼烧数分钟,冷却。用加有数滴硫酸(3.5)的少量温水溶解残渣,加热至完全溶解(必要时过滤)。将此溶液并入主试液中,浓缩至约 65 mL。加入 5 mL 磷酸(3.3)。

6.4.3 加入 5 mL 磷酸(3.3),将溶液加热至沸,加入 10 mL 高碘酸钾溶液(3.8),继续煮沸至红色出现后,在不断补加水(3.11)保持体积不变的情况下,再煮沸 5 min(显色液中锰量小于或等于 0.2 mg,煮沸

15 min~30 min),保温 15 min~20 min,冷却。将试液移入预先用水(3.11)冲洗过的 100 mL 容量瓶中,以水(3.11)稀释至刻度,混匀。

6.4.4 将部分试液(6.4.3)和随同试料所做的空白试验溶液(6.3),分别移入 3 cm 吸收池中,以水(3.11)为参比,于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。将容量瓶中剩余的试液加入 2 滴亚硝酸钠溶液(3.9)使高锰酸退色,重新测量其吸光度。

6.4.5 按式(1)计算试液中锰的吸光度:

$$A = (A_1 - A_2) - (A_3 - A_4) \dots\dots\dots(1)$$

式中: A_1 ——显色试液的吸光度;

A_2 ——退色试液的吸光度;

A_3 ——显色空白试验溶液的吸光度;

A_4 ——退色空白试验溶液的吸光度。

从工作曲线上查出相应的锰量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0,0.80,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 锰标准溶液(3.13)于一组 250 mL 烧杯中,依次分别加入 15 mL 硫酸(3.5),10 mL 硝酸(3.2),5 mL 磷酸(3.3),以水(3.11)稀释至约 70 mL,加热至沸。加入 10 mL 高碘酸钾溶液(3.8),继续煮沸至红色出现后,在不断补加水(3.11)保持体积不变的情况下,继续煮沸 15 min~30 min,保温 15 min~20 min,冷却。将溶液移入预先用水(3.11)冲洗过的一组 100 mL 容量瓶中,以水(3.11)稀释至刻度,混匀。

6.5.2 将部分系列标准溶液(6.5.1)分别于 3 cm 吸收池中,以水(3.11)为参比。于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。将容量瓶中剩余试液加入 2 滴亚硝酸钠溶液(3.9)使高锰酸退色,重新测量其吸光度。

6.5.3 按式(2)计算溶液中锰的吸光度:

$$A = (A_1 - A_2) - (A_3 - A_4) \dots\dots\dots(2)$$

式中: A_1 ——显色标液的吸光度;

A_2 ——退色标液的吸光度;

A_3 ——显色试剂空白溶液(不加锰标准溶液者)的吸光度;

A_4 ——退色试剂空白溶液(不加锰标准溶液者)的吸光度。

以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(3)计算锰的质量分数:

$$w(\text{Mn}) = \frac{m_1}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: $w(\text{Mn})$ ——锰的质量分数, %;

m_1 ——自工作曲线上查得的锰量, 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

%

锰的质量分数	允 许 差
0.004 0~0.010 0	0.001 5
>0.010~0.025 0	0.002 5
>0.025~0.050	0.005
>0.05~0.10	0.01
>0.10~0.25	0.02
>0.25~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.04
>1.00~1.80	0.06