

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 6987.20—1986《铝及铝合金化学分析方法 丁基罗丹明 B 光度法测定镓量》的重新确认,除对镓含量的测定范围由原来的 0.005%~0.020%修订为 0.005%~0.050%、测定结果允许差作了修订外,其他为编辑性整理。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.20—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。

本标准由郑州轻金属研究院起草。

本标准主要起草人:张树朝、张晓春。

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 丁基罗丹明 B 分光光度法测定镓量

GB/T 6987.20—2001

代替 GB/T 6987.20—1986

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of gallium content
—Butyrodamine B spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中镓含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中镓含量的测定。测定范围：0.005%~0.050%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解，用三氯化钛还原三价铁，在 6 mol/L 盐酸介质中，用苯萃取 CaCl_4^- 与丁基罗丹明 B 生成的紫红色离子络合物，于分光光度计波长 565 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.2 苯。

3.3 三氯化钛溶液(15%~20%)。

3.4 盐酸[$c(\text{HCl})=6$ mol/L]：移取 500 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)用水稀释至 1 000 mL，混匀。

3.5 丁基罗丹明 B 溶液(4 g/L)：称取 0.40 g 丁基罗丹明 B 置于烧杯中，加入盐酸(3.4)溶解后，移入 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(3.4)稀释至刻度，混匀。

3.6 镓标准贮存溶液：称取 0.268 8 g 预先经 800℃灼烧 1 h 的三氧化二镓于 100 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 20 mL 盐酸(3.4)，于水浴上加热至完全溶解，冷却，用盐酸(3.4)将溶液移入 200 mL 容量瓶中并以盐酸(3.4)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1 mg 镓。

3.7 镓标准溶液：移取 10.00 mL 镓标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，以盐酸(3.4)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镓。

3.8 镓标准溶液：移取 10.00 mL 镓标准溶液(3.7)于 1 000 mL 容量瓶中，以盐酸溶液(3.4)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 镓(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 0.200 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

随同试料做试剂空白。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 盐酸(3.4),待剧烈反应停止后,滴加 2 滴~3 滴过氧化氢(3.1),加热至完全溶解,冷却,用盐酸(3.4)将试液移入 100 mL 容量瓶中,以盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 移取试液(6.4.1)于干燥的 125 mL 分液漏斗中。

表 1

镓的质量分数, %	移取试液(6.4.1)体积, mL	补加盐酸(3.4)体积, mL
0.005~0.025	10.00	0
>0.025~0.050	5.00	5.0

6.4.3 加入 0.5 mL 三氯化钛溶液(3.3),混匀。放置 3 min~4 min。加入 1 mL 丁基罗丹明 B 溶液(3.5),混匀。加入 10.00 mL 苯(3.2),振荡 1 min,静置分层后,弃去水相,将有机相移入离心管中离心分离。

6.4.4 将部分试液有机相(6.4.3)和随同试料所做的空白试验溶液有机相(6.3)分别移入 1 cm 吸收池中,以苯(3.2)作参比,于分光光度计波长 565 nm 处测量其吸光度。用试液有机相的吸光度减去空白试验溶液有机相的吸光度后,从工作曲线上查出相应的镓量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 镓标准溶液(3.8)于一组干燥的 125 mL 分液漏斗中,依次加入 10.0, 9.0, 8.0, 7.0, 6.0, 5.0 mL 盐酸(3.4),以下按 6.4.3 进行。

6.5.2 将部分有机相(6.5.1)移入 1 cm 吸收池中,以苯(3.2)为参比,于分光光度计波长 565 nm 处测量其吸光度。以镓量为横坐标,吸光度(减去试剂空白溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算镓的质量分数:

$$w(\text{Ga}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: $w(\text{Ga})$ ——镓的质量分数, %;

m_1 ——自工作曲线上查得的镓量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

V_1 ——移取试液体积, 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

%

镓的质量分数	允 许 差
0.005~0.025	0.002
>0.025~0.050	0.003