

前 言

本标准是为了适应铝生产和铝加工的发展,满足对新产品分析的要求而制定的。该标准填补了铝及铝合金中铈分析方法的空白。

本标准的附录 A 为提示的附录。

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:冯颖新、刘淑兰。

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锶量

GB/T 6987.28—2001

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

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中锶含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中锶含量的测定。测定范围:0.02%~12.0%。

2 方法提要

试料以盐酸和过氧化氢溶解,于原子吸收光谱仪波长 460.7 nm 处在氯化镧存在下,用空气-乙炔富燃性火焰进行锶量测定。

3 试剂

3.1 铝(99.99%,不含锶)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.3 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.6 氯化镧溶液(200 g/L):称取 100 g 氯化镧($\text{LaCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$),以水定容于 500 mL 容量瓶中。

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 500 mL 的盐酸(3.4),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(3.3)煮沸数分钟以分解过量的过氧化氢,冷却至室温。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.8 铝溶液(2.0 mg/mL):移取 50 mL 铝溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.9 三乙醇胺溶液(1+1)。

3.10 缓冲溶液(pH=10):量取饱和氯化氨溶液 22 mL,加氨水 22 mL,以水稀释至 300 mL。

3.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液(0.01 mol/L)。

3.12 络黑 T 指示剂:称取 1.00 g 络黑 T 和 99.00 g 氯化钠(105℃烘干)研磨而成。

3.13 镁标准溶液(1.0 mg/mL)。

3.14 指示剂:取 5 mL 镁标准溶液(3.13)于 500 mL 锥形杯中加 30 mL 水,10 mL 缓冲溶液(3.10),加少许络黑 T 指示剂(3.12),用 EDTA 标准溶液(3.11)滴定至终点亮蓝色。

3.15 锶标准贮存溶液(1.0 mg/mL)。

3.15.1 配制:称取 3.042 9 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)置于 250 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL

容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.15.2 标定:吸取 25.0 mL 铈标准贮存溶液(3.15.1)于 300 mL 烧杯中,加入 40 mL 水,10 mL 三乙醇胺溶液(3.9),10 mL 缓冲溶液(3.10),加 10 mL~15 mL 指示剂(3.14),用 EDTA 标准溶液滴定至亮蓝色为终点。按式(1)计算铈标准溶液的实际质量浓度(mg/mL)。

$$c = \frac{M \times c_0 \times V_1}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——铈标准溶液的实际浓度,mg/mL;

M ——铈的摩尔质量,g/mol;

c_0 ——EDTA 标准溶液的浓度,mol/L;

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL;

V ——移取铈标准溶液的体积,mL。

3.16 铈标准溶液:移取 50.00 mL 铈标准溶液(3.15)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.25 mg 铈。

3.17 铈标准溶液:移取 50.00 mL 铈标准溶液(3.15)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铈。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铈空心阴极灯。

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:在于测量试料溶液的基体相一致的溶液中,铈的特征浓度应不大于 0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

精密密度: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于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 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

称取 0.500 0 g 铝(3.1),随同试料作空白试验。

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 15 mL~20 mL 水,15 mL 盐酸(3.4)待剧烈反应后,加热至试料完全溶解。加入 2 滴~3 滴过氧化氢(3.3)煮沸慢慢蒸发至析出盐类,稍冷,加 30 mL 水,3.0 mL 盐酸(3.4)加热至盐类完全溶解,取下冷却。

6.4.2 如有不溶物需过滤、洗涤,将残渣连同滤纸置于铂坩锅中,灰化(勿使滤纸燃着),在约 550℃灼烧,冷却。加入 5 mL 氢氟酸(3.2),并逐滴加入硝酸(3.5)至溶液清亮。加热蒸发至干,于 700℃灼烧数

分钟,冷却,用尽量少的盐酸(3.4)溶解残渣(必要时过滤),将此溶液合并于原溶液中,再根据试料中锶含量按表1移入相应的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

表1

锶的质量分数, %	试液总体积, mL	移取试液体积, mL	稀释体积, mL	氯化镧溶液(3.6)加入体积, mL
0.02~0.10	100	—	—	12
>0.10~0.50	100	20	100	6
>0.50~2.50	500	20	100	4
>2.50~12.0	500	10	250	3

6.4.3 将随同试料所作的空白试验溶液(6.3)及根据试料中锶含量而制备的试液(6.4.2)于原子吸收光谱仪波长460.7 nm处,用空气-乙炔富燃性火焰,以水调零,测量锶的吸光度,从工作曲线上查得相应的锶量。

6.5 工作曲线绘制

6.5.1 锶的质量分数为0.02%~0.10%时,移取0.1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 锶标准溶液(3.17)分别置于一组100 mL 容量瓶中。各加入25 mL 铝溶液(3.7)12 mL 氯化镧溶液(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 锶的质量分数为0.10%~0.50%时,移取0.1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 锶标准溶液(3.17)分别置于一组100 mL 容量瓶中。各加入5.0 mL 铝溶液(3.7),6 mL 氯化镧溶液(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.3 锶的质量分数为0.50%~2.50%时,移取0.1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 锶标准溶液(3.17)分别置于一组100 mL 容量瓶中。各加入10 mL 铝溶液(3.8)4 mL 氯化镧溶液(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.4 锶的质量分数为2.50%~12.00%时,移取0.1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 锶标准溶液(3.16)分别置于一组250 mL 容量瓶中。各加入5.0 mL 铝溶液(3.8)3 mL 氯化镧溶液(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.6 测量

将系列标准溶液(6.5.1~6.5.4)于原子吸收光谱仪波长460.7 nm处以空气-乙炔富燃性火焰,以水调零,测量系列标准溶液和“零浓度”溶液(不加锶标准溶液者)的吸光度,以锶量为横坐标,吸光度(减去“零浓度”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(2)计算锶的质量分数:

$$w(\text{Sr}) = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^{-3} \times R}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: $w(\text{Sr})$ ——锶的质量分数, %;

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锶量, mg;

m_2 ——自工作曲线上查得的试料溶液的锶量, mg;

m_0 ——试料的质量, g;

R ——稀释系数。6.4.3中四种情况的 R 值分别为1、5、25、50。

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

%

锶的质量分数	允许差
0.020~0.050	0.003
>0.050~0.100	0.005
>0.10~0.50	0.01
>0.50~1.00	0.03
>1.00~2.50	0.06
>2.50~5.00	0.10
>5.00~7.50	0.25
>7.50~10.00	0.40
>10.00~12.00	0.50

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镉含量的工作条件如表 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
460.7	7.5	1.3	7.5	9.5	2.3