



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.19—2008  
代替 GB/T 6987.19—2001

## 铝及铝合金化学分析方法 第 19 部分：锆含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—  
Part 19: Determination of zirconium content

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 3 部分:铜含量的测定
- 第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- 第 5 部分:硅含量的测定
- 第 6 部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 8 部分:锌含量的测定
- 第 9 部分:锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:锡含量的测定
- 第 11 部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:钛含量的测定
- 第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胍分光光度法
- 第 14 部分:镍含量的测定
- 第 15 部分:硼含量的测定
- 第 16 部分:镁含量的测定
- 第 17 部分:铈含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 18 部分:铬含量的测定
- 第 19 部分:锆含量的测定
- 第 20 部分:镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法
- 第 21 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 22 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法
- 第 23 部分:铈含量的测定 碘化钾分光光度法
- 第 24 部分:稀土总含量的测定
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为第 19 部分,对应于 ASTM E34—2002《铝及铝合金化学分析方法》中锆含量测定的部分。本部分与 ASTM E34—2002 的一致性程度为修改采用。

本部分代替 GB/T 6987.19—2001《铝及铝合金化学分析方法 二甲酚橙光度法测定锆量》。

本部分与 GB/T 6987.19—2001 相比主要变化如下:

- 增加了“8.1 重复性”条款;
- 增加了“9 质量保证与控制”条款;
- 增加了“方法二:偶氮胂Ⅲ分光光度法”。

本部分的“方法一:二甲酚橙光度法”为锆含量在 0.04%~0.50%(含 0.04%)范围内的铝及铝合金仲裁方法;“方法二:偶氮胂Ⅲ分光光度法”为锆含量在 0.01%~0.04%(不含 0.04%)范围内的铝及铝合金仲裁方法。

**GB/T 20975.19—2008**

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分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。

本部分起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分方法一主要起草人：张元克、路培乾、郭永恒、路霞、席欢、葛立新、朱玉华。

本部分方法二主要起草人：石磊、张洁、赵广开、李瑾、席欢、马存真、范顺科。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.19—1986、GB/T 6987.19—2001。



# 铝及铝合金化学分析方法

## 第 19 部分：锆含量的测定

### 方法一：二甲酚橙分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了铝及铝合金中锆含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中锆含量的测定。测定范围：0.040%~0.50%。

#### 2 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解，在高氯酸介质中，加入二甲酚橙显色后，于分光光度计波长 535 nm 处，测量其吸光度。

#### 3 试剂

3.1 铝(≥99.80%，不含锆)。

3.2 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

3.3 过氧化氢(ρ1.10 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 高氯酸[ $c(\text{HClO}_4)=6.5 \text{ mol/L}$ ]：移取 275 mL 高氯酸(70.0%~72.0%)，以水稀释至 500 mL，混匀(必要时标定)。

3.6 二甲酚橙溶液(1 g/L)，贮于棕色瓶中，必要时过滤。

3.7 苦杏仁酸溶液(150 g/L)，过滤后使用。

3.8 洗涤液：1 000 mL 水溶液中含有 20 mL 盐酸(3.2)及 50 g 苦杏仁酸。过滤后使用。

3.9 锆标准贮存溶液。

3.9.1 配制：称取 1.77 g 氧氯化锆( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )置于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水及 166 mL 盐酸(3.4)溶解，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 约含 1.0 mg 锆。

3.9.2 标定：移取 50.00 mL 锆标准贮存溶液(3.9.1)于 300 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸(3.2)，加热至近沸，加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(3.7)，充分搅拌，置于 80℃ 的恒温水浴锅中，保温 30 min 后，取出冷却。用中速滤纸过滤，用洗涤液洗净烧杯，将沉淀全部转移到滤纸上，用洗涤液洗涤沉淀 6 次~8 次，将滤纸及沉淀置于已恒重的铂坩埚中，烘干，灰化，再放入 1 000℃ 高温炉中灼烧 2 h~3 h，取出，放入干燥器中冷却 30 min 后称量。

按公式(1)计算锆的浓度：

$$c = \frac{m \times 0.7403}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$c$ ——锆标准贮存溶液中锆的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$m$ ——灼烧后的二氧化锆量，单位为毫克(mg)；

$V$ ——移取的锆标准贮存溶液的体积，单位为毫升(mL)；

0.7403——二氧化锆换算为锆的系数。

3.10 锆标准溶液：移取适量已标定好的锆标准贮存溶液(3.9.1) (25.00 mL 左右)于 250 mL 容量瓶中，加入 75 mL 盐酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锆。

3.11 锆标准溶液:移取 50.00 mL 锆标准溶液(3.10)于 250 mL 容量瓶中,加入 8 mL 盐酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.02 mg 锆。

#### 4 仪器

4.1 高温炉(1 000℃±20℃)。

4.2 电热恒温水浴锅。

4.3 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 0.50 g 试样(5),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 0.50 g 铝(3.1)代替试料(6.1),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 25 mL 盐酸(3.4),待剧烈反应停止后,加入 1 mL 过氧化氢(3.3),缓慢加热至试样完全溶解,煮沸分解过量的过氧化氢,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用中速滤纸干过滤。

注:对于试样中硅的质量分数大于 1% 的铝合金试样,用以下方法代替 6.4.1 进行:将试样置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(400 g/L)。待剧烈反应停止后,滴加 1 mL 过氧化氢(3.3),用少量水洗表皿和杯壁,加热蒸至浆状,取下冷却,用约 30 mL 温水冲洗杯壁,缓慢加热使盐类溶解,取下稍冷。加入 40 mL 盐酸(3.4),摇匀后,加热至溶液清亮,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,用中速滤纸干过滤。

6.4.2 移取 5.00 mL 滤液(6.4.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 高氯酸(3.5),混匀。加入 5.00 mL 二甲酚橙溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。在室温下放置 30 min。

6.4.3 将部分试液(6.4.2)移入 1 cm 吸收池中,以随同试料所做的空白试验溶液(6.3)为参比,在分光光度计波长 535 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锆量。

##### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 称取 0.50 g 铝(3.1),按 6.4.1 制备铝基体溶液。

6.5.2 移取 5.00 mL 铝基体溶液于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL 锆标准溶液(3.11),加入 10.0 mL 高氯酸(3.5),混匀。加入 5.00 mL 二甲酚橙溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。将部分系列标准溶液移入 1 cm 吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 535 nm 处,测量其吸光度。以锆量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 7 分析结果的计算

按式(2)计算锆的质量分数(%):

$$w(\text{Zr}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$



式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的锆量,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——试样的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——移取试液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得。

锆的质量分数/%:	0.048 7	0.107	0.456
重复性限 $r$ /%:	0.002 9	0.004 0	0.011

### 8.2 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

锆的质量分数/%	允许差/%
0.040~0.075	0.007
>0.075~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.250~0.500	0.020

## 9 质量控制与保证

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

### 方法二:偶氮胂Ⅲ分光光度法

## 10 范围

本部分规定了铝及铝合金中锆含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中锆含量的测定。测定范围:0.01%~0.30%。

## 11 方法提要

试样用盐酸溶解,在盐酸介质中,锆与偶氮胂Ⅲ反应生成络合物,于分光光度计波长 665 nm 处,测量其吸光度。

强氧化剂、还原性、硫酸盐及氟化物均有干扰。

## 12 试剂

12.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

12.2 盐酸(1+1)。

12.3 硝酸铵洗液(50 g/L):称取 25 g 硝酸铵(优级纯)溶解于约 400 mL 水中,用水稀释至 500 mL。

12.4 磷酸氢二铵溶液(120 g/L):称取 60 g 磷酸氢二铵(优级纯)溶解于约 400 mL 水中,用水稀释至

500 mL。

12.5 偶氮胂Ⅲ溶液(2.5 g/L):称取 0.250 g 偶氮胂Ⅲ[2,2'-(1,8-二羟基-3,6-二磺基萘撑-2,7-二偶氮二苯)胂酸]于含有 0.3 g 碳酸钠的 90 mL 水中,稍加热。用 pH 酸度计以盐酸(12.2)调节 pH 为  $4.0 \pm 0.1$ ,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液至少可稳定六个月。

注:有些批号试剂发现是不符合要求的,因此试剂在使用前应采用锆标准溶液进行检验,为了避免试剂质量的差异对结果造成影响,工作曲线的绘制最好应采用同一瓶试剂进行。

12.6 铝溶液(25 g/L):称取 45 g 六水合氯化铝( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、优级纯)溶解于约 150 mL 盐酸(12.2)中,移入 200 mL 容量瓶中,用盐酸(12.2)稀释至刻度,混匀。

12.7 锆标准贮存溶液(0.100 mg/mL),按照 12.7.1 或 12.7.2 配制,保存于聚乙烯瓶中。

12.7.1 称取 0.100 0 g 锆(>99.5%)于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 甲醇(分析纯),边冷却边加入 5 mL 溴(分析纯),待反应停止后,缓慢加热使反应完全。加入 20 mL 盐酸(12.1)并蒸发至湿盐状,但不要焙干,加入 75 mL 盐酸(1+3),稍加热至盐类完全溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(1+3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.100 mg 锆。

12.7.2 称取 0.354 g 氧氯化锆( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(1+3)溶解,煮沸 5 min,冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(1+3)稀释至刻度,混匀。如下法规定:移取 200 mL 溶液于 400 mL 烧杯中,加入 2 mL 过氧化氢( $\rho 1.10 \text{ g/mL}$ )及 25 mL 磷酸氢二铵溶液(12.4),过氧化氢( $\rho 1.10 \text{ g/mL}$ )始终必须保持过量。用中速定量滤纸过滤,用冷的硝酸铵洗液(12.3)充分洗涤,将滤纸移入铂坩埚中,烘干,小心灼烧使滤纸炭化(不要着火),滤纸炭化后,逐渐升温至炭全部烧掉,最后在  $1 050^\circ\text{C}$  灼烧 15 min,在干燥器中冷却至室温,称取焦磷酸锆( $\text{ZrP}_2\text{O}_7$ )质量。此溶液 1 mL 含 0.100 mg 锆。

12.8 锆标准溶液(0.005 mg/mL):移取 5.00 mL 锆标准贮存溶液(12.7)于 100 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸(12.1),冷却,用盐酸(12.2)稀释至刻度,混匀。

注:锆标准溶液放置超过 8 h 以上的不要使用。

## 13 仪器

分光光度计。

## 14 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 15 分析步骤

### 15.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 5 g。

### 15.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 15.3 空白试验

移取 2.00 mL 铝溶液(12.6)于含有 10 mL 盐酸(12.2)的 50 mL 容量瓶中,以下按 15.4.4 进行操作。

### 15.4 测定

15.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 盐酸(12.2),待剧烈反应停止后,加热至试样完全溶解,小心蒸发至湿盐状,冷却。加入 180 mL 盐酸(12.2),缓慢加热使盐类溶解。

15.4.2 冷却,将溶液移入 200 mL 容量瓶中,用盐酸(12.2)稀释至刻度,混匀。

注:对于溶液中的任何残渣均可以不考虑,静置容量瓶足够时间使残渣沉淀。

15.4.3 根据锆的质量分数分别按下述操作。



锆的质量分数在 0.01%~0.1% 时,移取 20.00 mL 试液(15.4.2)于 50 mL 容量瓶中,加入 2.00 mL 铝溶液(12.6),混匀。

锆的质量分数在 >0.1%~0.2% 时,移取 10.00 mL 试液(15.4.2)于 50 mL 容量瓶中,加入 2.00 mL 铝溶液(12.6),混匀。

锆的质量分数在 >0.2%~0.3% 时,移取 5.00 mL 试液(15.4.2)于 50 mL 容量瓶中,加入 2.00 mL 铝溶液(12.6),混匀。

15.4.4 加入 1.00 mL 偶氮胂Ⅲ溶液(12.5),以盐酸(12.2)稀释至刻度,混匀。在室温下放置 10 min。

15.4.5 将部分试液(15.4.4)移入 1 cm 吸收池中,以随同试料所做的空白试验溶液(15.3)为参比,在分光光度计波长 665 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锆量。

### 15.5 工作曲线的绘制

15.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 锆标准溶液(12.8)于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 铝溶液(12.6),加入 1.00 mL 偶氮胂Ⅲ溶液(12.5),以盐酸(12.2)稀释至刻度,混匀。在室温下放置 10 min。

15.5.2 将部分系列标准溶液移入 1 cm 吸收池中,以试剂空白溶液(“零浓度”溶液)为参比,于分光光度计波长 665 nm 处,测量其吸光度。以锆量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 16 分析结果的计算

按式(3)计算锆的质量分数(%):

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

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的锆量,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——试样的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——移取试液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL)。

## 17 精密度

七家实验室按照该部分进行分析,获得八组分析结果,经过数理统计,结果见表 2。

表 2

试样名称	锆的质量分数/%	重复性	再现性
6151 合金	0.023	0.002 7	0.003 3
2219 合金	0.152	0.009 7	0.019
7046 合金	0.282	0.027 8	0.060

## 18 质量控制与保证

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。



中华人民共和国  
国家标准  
铝及铝合金化学分析方法  
第19部分：锆含量的测定  
GB/T 20975.19—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

\*

书号：155066·1-31670

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533



GB/T 20975.19—2008