

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.20—2008  
代替 GB/T 6987.20—2001

## 铝及铝合金化学分析方法 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—  
Part 20: Determination of gallium content—  
Butyrodamine B spectrophotometric method

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 苯甲酰苯胺分光光度法;
- 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:锶含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 18 部分:铬含量的测定;
- 第 19 部分:钴含量的测定;
- 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 20 部分。

本部分代替 GB/T 6987.20—2001《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》。

本部分与 GB/T 6987.20—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。

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。

**GB/T 20975.20—2008**

本部分主要起草人：张树朝、张晓春、张爱芬、马慧霞、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 6987.20—1986、GB/T 6987.20—2001。

# 铝及铝合金化学分析方法

## 第 20 部分:镓含量的测定

### 丁基罗丹明 B 分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了铝及铝合金中镓含量的测定方法。

本部分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  $\text{GaCl}_4^-$  与丁基罗丹明 B 生成的紫红色络合物,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( $\rho$ 1.10 g/mL)。

3.2 苯。

3.3 三氯化钛溶液(15%~20%)。

3.4 盐酸[ $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ ]:移取 500 mL 盐酸( $\rho$ 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 1.0 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,以盐酸溶液(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.10 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 1.0  $\mu\text{g}$  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 0.20 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

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 的分液漏斗中。

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 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镓标准溶液(3.8)于一组干燥的 125 mL 的分液漏斗中, 依次加入 10.0 mL、9.0 mL、8.0 mL、7.0 mL、6.0 mL、5.0 mL 盐酸(3.4), 以下按照 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 分析结果的计算

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:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的镓量, 单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积, 单位为毫升(mL);

$V_1$ ——移取试液的体积, 单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试样的质量, 单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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:

镓的质量分数/%:	0.005 2	0.015 6	0.025 2	0.040 5
重复性限 $r$ /%:	0.000 80	0.001 2	0.001 7	0.002 0

## 8.2 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

## 9 质量保证与控制

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20部分：镓含量的测定  
丁基罗丹明B分光光度法  
GB/T 20975.20—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

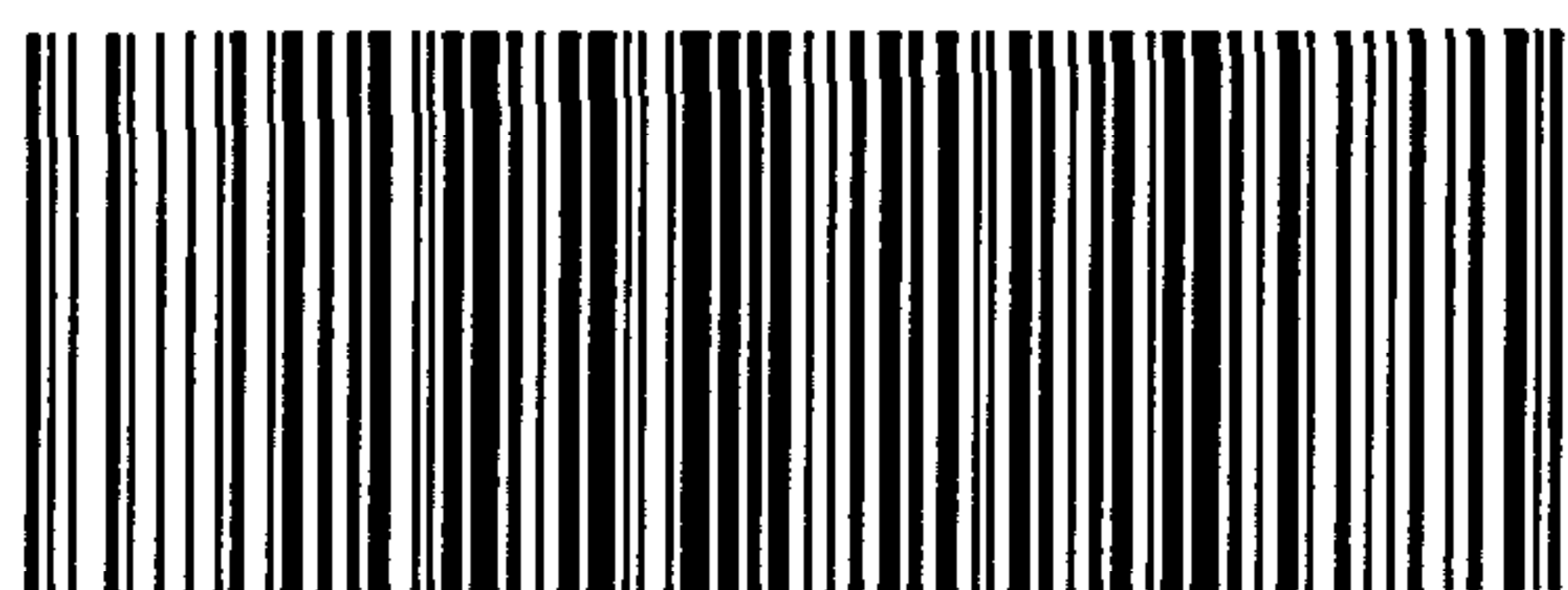
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

\*

书号：155066·1-31671

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 20975.20—2008