

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.17—2008  
代替 GB/T 6987.28—2001

## 铝及铝合金化学分析方法 第 17 部分：锶含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—  
Part 17: Determination of strontium content—  
Flame atomic absorption spectrometric 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铝及铝合金化学分析方法  
第 17 部分：镉含量的测定  
火焰原子吸收光谱法  
GB/T 20975.17—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 9 千字  
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-31668

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

## 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:镉含量的测定 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 17 部分。

本部分代替 GB/T 6987.28—2001《铝及铝合金化学分析方法火焰原子吸收光谱法测定镉含量》。

本部分与 GB/T 6987.28—2001 相比主要变化如下:

——增加了“重复性”和“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:抚顺铝业有限公司。

本部分主要起草人:冯颖新、杨宇宏、田光、席欢、葛立新、范顺科。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6987.28—2001。



# 铝及铝合金化学分析方法

## 第 17 部分: 锶含量的测定

### 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本部分规定了铝及铝合金中锶含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中锶含量的测定。测定范围: 0.02%~12.00%。

#### 2 方法提要

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

#### 3 试剂

- 3.1 铝( $\geq 99.99\%$ , 不含锶)。
- 3.2 氢氟酸( $\rho 1.14 \text{ g/mL}$ )。
- 3.3 过氧化氢( $\rho 1.10 \text{ g/mL}$ )。
- 3.4 盐酸(1+1)。
- 3.5 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。
- 3.6 氯化镧溶液(200 g/L): 称取 100 g 氯化镧( $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), 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)。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(pH10): 量取饱和氯化铵溶液 22 mL, 加 22 mL 氨水, 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 铬黑 T 指示剂: 称取 1.00 g 铬黑 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), 加少许铬黑 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: 移取 25.00 mL 锶标准贮存溶液(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)计算锶标准贮存溶液的实际浓度(mg/mL)。

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

式中:

$c$ ——铈标准贮存溶液的实际浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$M$ ——铈的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

$c_0$ ——EDTA 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V$ ——移取铈标准贮存溶液的体积,单位为毫升(mL)。

3.16 铈标准溶液:移取 50.00 mL,铈标准贮存溶液(3.15)于 200 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,铈标准贮存溶液(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  $\mu\text{g/mL}$ 。

精密度: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与最低的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

#### 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,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埚中,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,再根据试料中铈含量按表 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 工作曲线的绘制

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 分析结果的计算

按式(2)计算锶的质量分数(%):

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

式中:

$m_2$ ——从工作曲线上查得的试料溶液的锶的质量,单位为毫克(mg);

$m_1$ ——从工作曲线上查得的随同试料所作的空白溶液的锶的质量,单位为毫克(mg);

$R$ ——稀释系数,6.4.3 中的四种情况的  $R$  值分别为 1、5、25、50;

$m_0$ ——试料的质量,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:

## GB/T 20975.17—2008

锶的质量分数/%: 0.059    0.201    1.01    9.96  
 重复性限  $r$ /%: 0.003    0.006    0.05    0.20

## 8.2 允许差

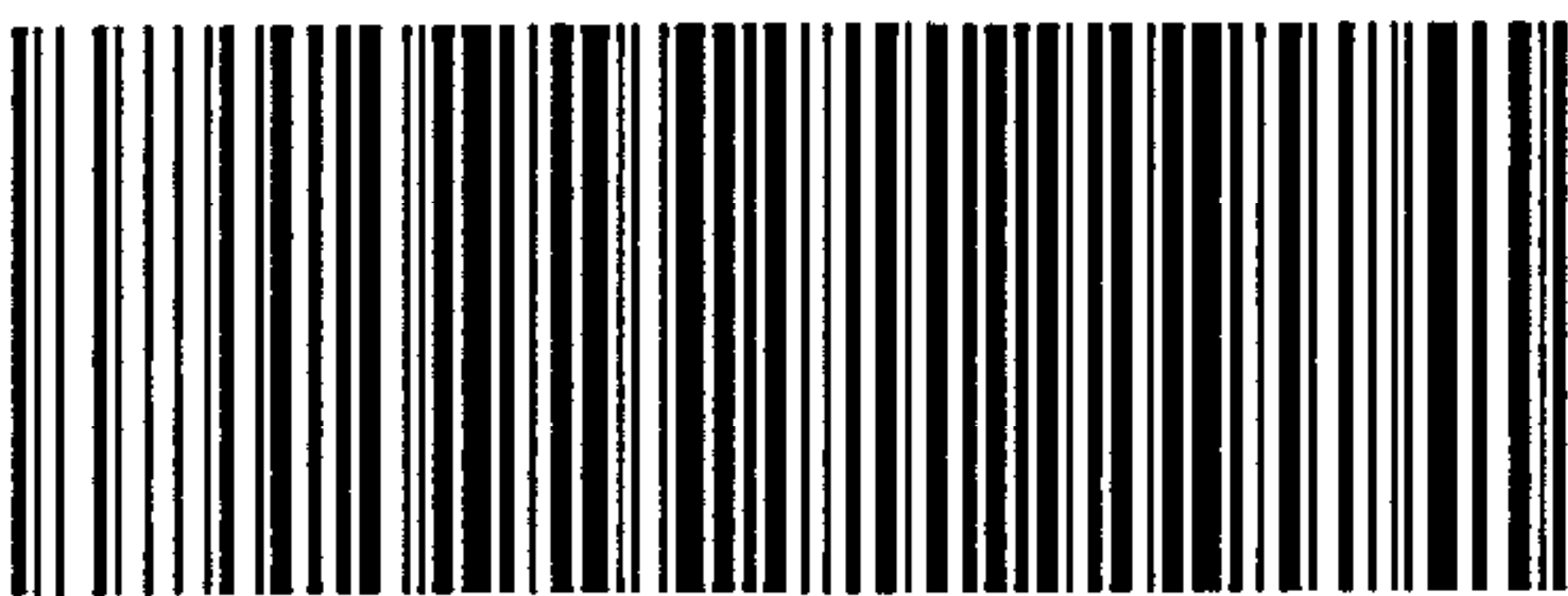
实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

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

## 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,或每半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。



GB/T 20975.17-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-31668