

中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.22—2008
代替 GB/T 6987.22—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 22 部分：铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 22: Determination of beryllium content—
SCR 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝及铝合金化学分析方法
第 22 部分:铍含量的测定
依莱铬氰兰 R 分光光度法
GB/T 20975.22—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

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 11 千字
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-31673

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: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:锑含量的测定 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 22 部分。

本部分代替 GB/T 6987.22—2001《铝及铝合金化学分析方法 依莱铬氰兰 R 分光光度法测定铍量》。

本部分与 GB/T 6987.22—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;
- 根据重复性限数值对其原有允许差范围进行了修改,使二者数值相互匹配。

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。

GB/T 20975.22—2008

本部分起草单位：中国铝业股份有限公司西北铝加工分公司。

本部分主要起草人：王俊峰、姚文殊、田永红、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 6987.22—1987、GB/T 6987.22—2001。

铝及铝合金化学分析方法

第 22 部分:铍含量的测定

依莱铬氰兰 R 分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中铍含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中铍含量的测定。测定范围:0.000 10%~0.40%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解,以乙二胺四乙酸二钠、酒石酸钠为掩蔽剂,在 pH9.5 的氨-硝酸铵缓冲溶液中,铍与依莱铬氰兰 R(SCR)、溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)形成三元络合物,于分光光度计波长 560 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(100 g/L,需过滤)。

3.7 酒石酸钠溶液(1 mol/L,需过滤)。

3.8 依莱铬氰兰 R(SCR—Solochrome cyanine R; 2 g/L):称取 0.500 g SCR 于 250 mL 烧杯中,加入 2 mL 硝酸(3.2),用玻璃棒搅匀,再加入约 150 mL 水使之溶解完全,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(如浑浊需过滤)。

3.9 溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)溶液(4 g/L):称取 1.000 g CTMAB 于 250 mL 烧杯中,加入约 150 mL 水、10 mL 乙醇,搅拌、温热使之溶解完全,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(使用时如果还出现结晶可温热至清亮)。

3.10 氨-硝酸铵缓冲溶液:称取 51.8 g 硝酸铵溶解于约 400 mL 水中,加入 65 mL 氨水(3.4),混匀。用氨水(3.4)或硝酸(1+1)调整至 pH 9.5(pH 计测定),移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.11 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.00 g 高纯铝($\geq 99.99\%$)于 2 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 600 mL 的盐酸溶液(3.5),缓慢加热至完全溶解,取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 mg 铝。

3.12 铍标准贮存溶液

3.12.1 配制:称取 2.00 g 硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶解于 100 mL 水中,过滤于 1 000 mL 容量瓶中,加入 340 mL 盐酸(3.5),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 约含 0.1 mg 铍。也可以用硝酸铍、碳酸铍配制铍标准贮存溶液。

3.12.2 标定:移取 50.00 mL 溶液(3.12.1)于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,加热至沸,取下,加入 2 mL EDTA(0.05 mol/L),3 滴麝香草酚兰溶液(1 g/L),滴加氨水(3.4)至溶液呈明显的蓝色,并过量

GB/T 20975.22—2008

3 滴,微沸状态下保温 30 min,取下放置过夜。用中速定量滤纸过滤,以氨水(5+95)洗涤烧杯 5 次~6 次、沉淀 7 次~8 次,将沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中,干燥,炭化,于 1 000℃马弗炉中灼烧 45 min,取出,稍冷,置于干燥器中 60 min 后称量。重复灼烧至恒重。

3.12.3 浓度计算

按公式(1)计算铍标准贮存溶液的浓度:

$$c(\text{Be}) = \frac{m \times 0.3603}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c(\text{Be})$ ——铍标准贮存溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——灼烧后沉淀的质量,单位为毫克(mg);

V ——移取溶液(3.12.1)的体积,单位为毫升(mL);

0.3603——氧化铍换算成铍的系数。

3.13 铍标准溶液:移取约 25 mL 已标定好的铍标准贮存溶液(3.12)于 500 mL 容量瓶中,加入 167 mL 盐酸溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铍(用时现配)。

3.14 铍标准溶液:移取 20.00 mL 铍标准溶液(3.13)于 100 mL 容量瓶中,加入 33 mL 盐酸(3.5),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铍(用时现配)。

3.15 铍标准溶液:移取 20.00 mL 铍标准溶液(3.13)于 250 mL 容量瓶中,加入 83 mL 盐酸(3.5),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.4 μg 铍(用时现配)。

3.16 对硝基苯酚溶液(0.2 g/L)。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 pH 计或离子计。

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

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

铍的质量分数 /%	试料/g	试液体积	移取试液(6.4.1) 体积	补加铝溶液(3.11) 体积	吸收池厚度
		mL			cm
0.000 10~0.001 0	1.000	100	10.00	0	3
>0.001 0~0.005 0	1.000	250	10.00	3.00	3
>0.005 0~0.020	0.500 0	250	5.00	4.50	3
>0.020~0.060	0.500 0	500	10.00	4.50	1
>0.060~0.40	0.250 0	500	3.00	5.00	1

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

移取 5.0 mL 铝溶液(3.11)于 50 mL 容量瓶(或比色管)中,以下按 6.4.4 进行操作。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 30 mL 的盐酸(3.5),待剧烈反应停止后,加热使试料溶解完全,取下,以中速定量滤纸过滤于如表 1 所示的试液体积相对应的容量瓶中,用热水洗涤烧杯 4 次~5 次、洗涤沉淀 7 次~8 次,冷却至室温。

6.4.2 若试料中硅的质量分数大于 1% 时,则在过滤后,将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,炭化,于 700℃ 灼烧 30 min,取出,冷却,加入 2 mL 硫酸(3.1),5 mL 氢氟酸(3.3),滴加硝酸(3.2)使溶液清亮,加热使硅挥发,取下,冷却,滴加少量盐酸(3.5)溶解残渣(如浑浊需过滤),合并于试液(6.4.1)中。

6.4.3 将试液(6.4.1)以水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取试液(6.4.1)体积和补加相应体积的铝溶液(3.11)于 50 mL 容量瓶(或比色管)中。

6.4.4 加入 1.5 mL 酒石酸钠溶液(3.7),充分混匀。加入 15.0 mL EDTA 溶液(3.6),立即加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.16)并在不断摇动下用氨水(3.4)调整溶液由无色变为浅黄色,再加入 2.00 mL 氨水(3.4)。(加入 EDTA 溶液后不应放置,否则会出现 EDTA 结晶或浑浊,但发浑不会影响测定结果;以上几步操作要连续进行)。加入 5.0 mL 缓冲溶液(3.10),混匀。加入 4.0 mL CTMAB 溶液(3.9),缓慢混匀,放置约 5 min,加入 SCR 溶液(3.8)(测定质量分数为 0.000 10%~0.020% 铍含量时加入 2.00 mL,测定质量分数>0.020%~0.40% 铍含量时加入 3.00 mL),以水稀释至刻度,混匀。

6.4.5 将部分试液(6.4.4)移入表 1 所规定的吸收池中,以空白试验溶液(6.3)为参比,于分光光度计波长 560 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铍量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 绘制铍的质量分数为 0.000 10%~0.020% 范围的工作曲线:

于一组 50 mL 容量瓶(或比色管)中,各加入 5.0 mL 铝溶液(3.11),依次分别加入 0 mL、0.25 mL、1.25 mL、2.50 mL、3.75 mL、5.00 mL 铍标准溶液(3.15),以下按 6.4.4 进行操作。

6.5.2 绘制铍的质量分数为>0.020%~0.40% 范围的工作曲线:

于一组 50 mL 容量瓶(或比色管)中,各加入 5.0 mL 铝溶液(3.11),依次分别加入 0 mL、0.30 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 铍标准溶液(3.14),以下按 6.4.4 进行操作。

6.5.3 将部分系列标准溶液(6.5.1 或 6.5.2)移入表 1 所规定的吸收池中,以试剂空白溶液(未加铍标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 560 nm 处测量其吸光度,以铍量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(2)计算铍的质量分数(%):

$$w(\text{Be}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得铍的含量,单位为微克(μg);

m_0 ——称取试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——如表 1 中的移取试液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——如表 1 中的试液体积,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

GB/T 20975.22—2008

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。

铍的质量分数/%:	0.000 10	0.002 0	0.019	0.40
重复性限 r /%:	0.000 016	0.000 053	0.001 9	0.026

8.2 允许差

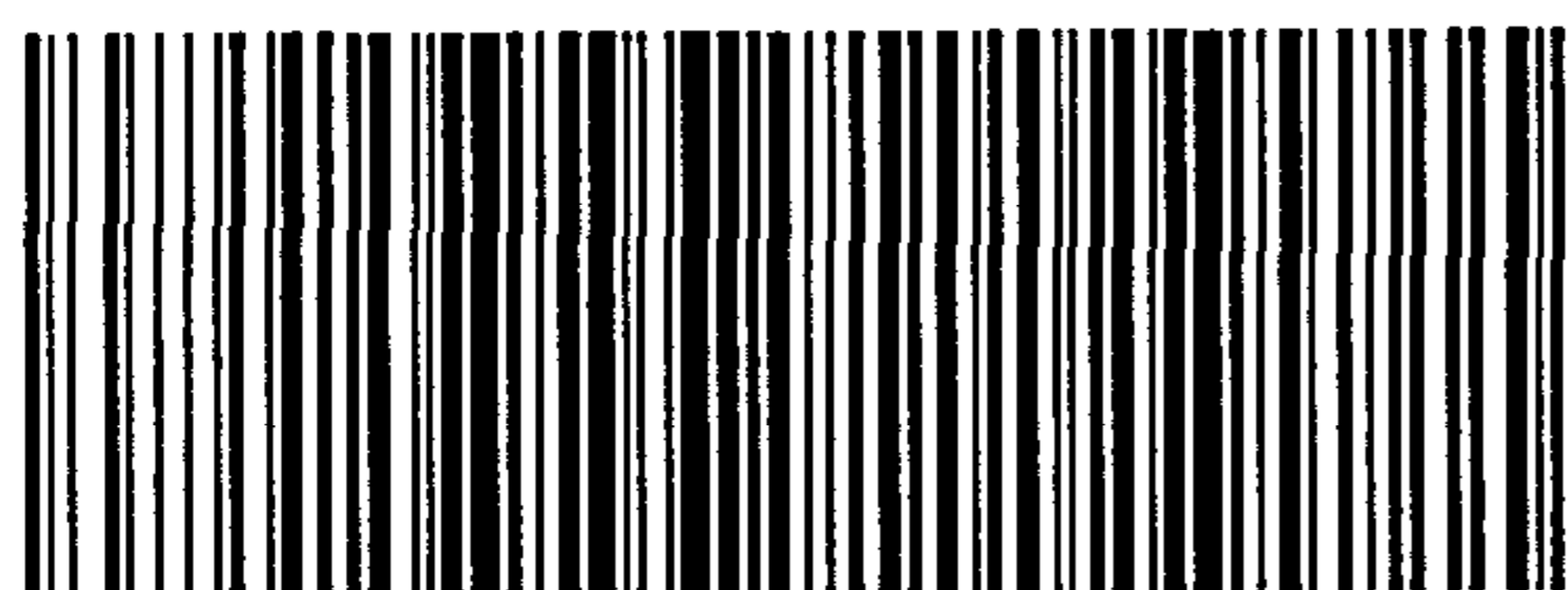
实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列的允许差。

表 2

铍的质量分数 /%	允许差 /%
0.000 10~0.000 25	0.000 05
>0.000 25~0.000 50	0.000 10
>0.000 50~0.000 75	0.000 15
>0.000 75~0.001 00	0.000 20
>0.001 00~0.002 50	0.000 35
>0.002 50~0.005 00	0.000 75
>0.005 00~0.007 5	0.001 2
>0.007 5~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.025 0	0.002 5
>0.025 0~0.050	0.005 0
>0.050~0.075	0.007 5
>0.075~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.020
>0.250~0.400	0.030

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。



GB/T 20975.22-2008

版权专有 侵权必究

*