



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.15—2008
代替 GB/T 6987.27—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 15 部分：硼含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 15: Determination of boron 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 15 部分。对应于 ASTM E34—2002《铝及铝合金化学分析方法》中硼含量测定的部分。

本部分代替 GB/T 6987.27—2001《铝及铝合金化学分析方法 离子选择电极法测定硼量》。

本部分与 GB/T 6987.27—2001 相比主要变化如下:

- 将测定范围:≥0.001%修订为测定范围:0.001%~5.0%;
- 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:胭脂红分光光度法”。

本部分的“方法一:离子选择电极法”为仲裁方法。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

GB/T 20975.15—2008

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：孟福海、石磊、李跃平、李瑾、席欢、葛立新、范顺科。

本部分方法二主要起草人：石磊、张树朝、李跃平、薛宁、席欢、马存真、朱玉华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.27—2001。

铝及铝合金化学分析方法

第 15 部分：硼含量的测定

方法一：离子选择电极法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中硼含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中硼含量的测定。测定范围：0.001%~5.0%。

2 方法提要

试料用氢氟酸和过氧化氢溶解，硼转化为氟硼酸根离子，用氢氧化钠溶液调节溶液 pH5~pH6，用氟硼酸根离子选择电极测定硼量。

大量铜、铁干扰测定，用乙二胺四乙酸二钠络合消除。

3 试剂

3.1 铝($\geq 99.95\%$ ，不含硼)。

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 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(100 g/L)。

3.5 氢氧化钠溶液(200 g/L)，贮于聚乙烯瓶中。

3.6 硼标准溶液：称取 0.572 0 g 已于真空干燥器中干燥过的硼酸(优级纯)于 400 mL 烧杯中，加入 200 mL 水，微热使其完全溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 硼。

3.7 硼标准溶液：移取 50.00 mL 硼标准溶液(3.6)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.02 mg 硼。(用时现配)。

3.8 硼标准溶液：移取 25.00 mL 硼标准溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 硼。(用时现配)。

4 仪器

4.1 氟硼酸根离子选择电极：使用前应先将电极按使用说明书进行处理。

4.2 双液接饱和甘汞电极：外套管充注含 3 mol/L 氯化钾的 30 g/L 琼脂溶液。

4.3 数字式离子计，精度为 0.1 mV。

4.4 电磁搅拌器。

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，精确至 0.000 1 g。

表 1

硼的质量分数/%	试料/g	氢氟酸加入量(3.2)/ mL
0.001~0.010	0.50	5.0
>0.010~0.100	0.20	4.0
>0.10~5.0	0.10	3.0

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 聚乙烯烧杯中,加入 20 mL 水,按表 1 用聚乙烯刻度管加入氢氟酸(3.2)。

6.3.2 在沸水浴中加热溶解,滴加过氧化氢(3.3)至试料完全溶解,继续加热 2min。取下冷却,加入 5 mL EDTA 溶液(3.4),摇匀。用氢氧化钠溶液(3.5)调节溶液 pH5~pH6(用精密 pH 试纸检查),冷至室温。移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 将试液(6.3.2)全部倒入原聚乙烯烧杯中,置于电磁搅拌器上,插入氟硼酸根离子选择电极和双液接饱和甘汞电极,恒速搅拌,测量平衡电位。从工作曲线上查得硼量。

注: 1. 测量过程中,应保持温度一致。

2. 平衡电位系指电极电位的变化每分钟不大于 0.2 mV。

3. 试液的制备和测量应与工作曲线的绘制同步进行。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 系列标准溶液的制备

适用于质量分数为 0.001%~0.01% 范围硼含量:移取 1.00 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL, 10.00 mL 硼标准溶液(3.8)于 6 个预先称有 0.500 0 g 铝(3.1)的 100 mL 聚乙烯烧杯中,加入 20 mL 水,加入 5.0 mL 氢氟酸(3.2),以下按 6.3.2 与试料同步进行。

适用于质量分数为 0.01%~0.10% 范围硼含量:移取 1.00 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL, 10.00 mL 硼标准溶液(3.7)于 6 个预先称有 0.200 0 g 铝(3.1)的 100 mL 聚乙烯烧杯中,加入 20 mL 水,加入 4.0 mL 氢氟酸(3.2),以下按 6.3.2 与试料同步进行。

适用于质量分数为 0.10%~5.0% 范围硼含量:移取 0.50 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL, 10.00 mL 硼标准溶液(3.6)于 7 个预先称有 0.100 0 g 铝(3.1)的 100 mL 聚乙烯烧杯中,加入 20 mL 水,加入 3.0 mL 氢氟酸(3.2),以下按 6.3.2 与试料同步进行。

6.4.2 测量

将系列标准溶液全部倒入原聚乙烯烧杯中,按氟硼酸根离子浓度增高的顺序,置于电磁搅拌器上,插入氟硼酸根离子选择电极和双液接饱和甘汞电极,恒速搅拌,测量平衡电位。以硼量为横坐标,电位值为纵坐标,在半对数坐标纸上绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算硼的质量分数(%):

$$w(\text{B}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的硼量,单位为毫克(mg);

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。

硼的质量分数/%:	0.004 88	0.018 3	0.171	1.154	3.154
重复性限 r /%:	0.000 35	0.001 8	0.012	0.023	0.064

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

硼的质量分数/%	允许差/%
0.001~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.010	0.001
>0.010~0.050	0.003
>0.050~0.10	0.01
>0.10~0.20	0.03
>0.20~0.50	0.05
>0.50~2.0	0.08
>2.0~5.0	0.15

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:胭脂红分光光度法

10 范围

本部分规定了铝及铝合金中硼含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中硼含量的测定。测定范围:0.005%~0.060%。

11 方法提要

试料用溴水和盐酸溶解,在浓硫酸介质中,硼以硼酸形式与胭脂红反应生成紫色络合物,在分光光度计波长 585 nm 处测定其吸光度。

当钒的质量分数大于 0.3% 时,对测定有干扰。

12 试剂

12.1 无水碳酸钠(优级纯)。

12.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

12.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

12.4 盐酸(1+1)。

12.5 硫酸(1+1)。

12.6 溴水(饱和)。

12.7 胭脂红溶液(0.92 g/L):称取 0.46 g 胭脂红于 1 000 mL 塑料烧杯中,加入 500 mL 硫酸(12.3),用塑料棒搅拌溶解完全,将溶液移入聚乙烯瓶中,于暗处保存。

12.8 硼标准溶液:称取 0.285 7 g 已于真空干燥器中干燥过的硼酸(优级纯)于 400 mL 烧杯中,溶解于温水中(不超过 40℃)。冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.050 mg 硼。

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 1.00 g 试样,精确至 0.000 1 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

随同试料做试剂空白。

15.4 测定

15.4.1 将试料(15.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 溴水(12.5),加入 20 mL 盐酸(12.4),溶解完全后,加热至微沸驱尽过量的溴。

注:如反应速度快以至于溶液表面被气泡所覆盖,应将溶液加以冷却使反应减慢;如反应很慢,则需要将溶液稍加热。

15.4.2 用快速定量滤纸将溶液过滤于 50 mL 容量瓶中,以热水冲洗烧杯和滤纸各 3 次~4 次(注意保持滤液体积不超过 40 mL),将滤液保存。

15.4.3 称取 0.25 g 无水碳酸钠(12.1)覆盖于滤纸中残渣,将滤纸置于铂坩埚中,将铂坩埚置于马弗炉中低温干燥、灰化,缓慢升温至滤纸全部被氧化并熔融,继续加热熔融至透明(约 10 min),取出,冷却至室温。

15.4.4 将熔融物用约 5 mL 热水溶解,滴加硫酸(12.5)至无气泡,将溶液移入到保留于 50 mL 容量瓶的滤液中,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

15.4.5 移取 2.00 mL 试液(15.4.4)于干燥的 50 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 硫酸(12.3),摇匀,冷却至室温,加入 10.0 mL 胭脂红溶液(12.6),混匀。置于暗处放置 45 min。

15.4.6 将部分试液(15.4.5)和随同试料所做的空白试验溶液(15.3)分别移入 1 cm 干燥的吸收池中,以随同试料所做的空白试验溶液(15.3)作参比,于分光光度计波长 585 nm 处测量其吸光度。用其测量的吸光度,从工作曲线上查出相应的硼量。

15.5 工作曲线的绘制

15.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 硼标准溶液(12.7)分别置于 8 个 50 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 硫酸(12.5),用水稀释至 40 mL,摇匀,冷却至室温,稀释至刻度,混匀。以下按照 15.4.5 进行。

15.5.2 将部分试液(15.5.1)移入 1 cm 干燥的吸收池中,以“零浓度”溶液作参比,于分光光度计波长

585 nm 处测量其吸光度。以每 22 mL 溶液中的硼量为横坐标,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。

16 分析结果的计算

按式(2)计算硼的质量分数(%):

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

式中:

m_1 ——最后 22 mL 溶液中测得的硼量,单位为毫克(mg);

m_0 ——最后 22 mL 溶液相当的试样量,单位为克(g)。

17 精密度

17.1 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

硼的质量分数/%	允许差/%
0.005~0.010	0.002
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.060	0.005

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15部分：硼含量的测定
GB/T 20975.15—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 0.75 字数 13 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号：155066·1-31666

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 20975.15—2008