



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.4—2008
代替 GB/T 6987.4—2001

铝及铝合金化学分析方法 第4部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 4: Determination of iron content—
Orthophenanthroline photometric method

(ISO 793:1973, Aluminium and aluminium alloys—
Determination of iron—Orthophenanthroline photometric method, MOD)

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
中国国家标准化管理委员会

发布

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:锑含量的测定 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 依来铬靛兰 R 分光光度法
- 第 23 部分:锶含量的测定 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 4 部分。对应于 ISO 793:1973《铝及铝合金 铁的测定 邻菲咯啉光度法》,一致性程度为修改采用。附录 A 中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表;附录 B 中列出了本部分章条与 ISO 793:1973 的技术性差异及其原因对照一览表。

本部分代替 GB/T 6987.4—2001《铝及铝合金化学分析方法 邻二氮杂菲分光光度法测定铁量》。

本部分与 GB/T 6987.4—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;
- 根据重复性限试验的结果将 $>0.005\ 0\% \sim 0.007\ 5\%$ 的允许差由 $0.000\ 7\%$ 调整为 $0.001\ 0\%$;
- 将 $>0.007\ 5\% \sim 0.010\ 0\%$ 的允许差由 $0.001\ 0\%$ 调整为 $0.001\ 5\%$ 。

本部分附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

GB/T 20975.4—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：抚顺铝业有限公司。

本部分主要起草人：原建昌、计春雷、杨宇宏、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 6987.4—1986、GB/T 6987.4—2001。

 **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

铝及铝合金化学分析方法

第4部分:铁含量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中铁含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中铁含量的测定。测定范围:0.001%~3.50%。

2 方法提要

试料以盐酸溶解,用盐酸羟胺还原铁,控制试液 pH3.5~pH4.5,二价铁离子与邻二氮杂菲显色,于分光光度计波长 510 nm 处测定其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(5+1)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 氢氧化钠溶液(200 g/L,贮存于塑料瓶中)。

3.4 氯化镍($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液(1 g/L)。

3.5 过氧化氢($\rho 1.11 \text{ g/mL}$)。

3.6 盐酸羟胺溶液(10 g/L)。

3.7 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 2.5 g 邻二氮杂菲($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)或 3 g 盐酸邻二氮杂菲($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶解于温水中,冷却。以水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.8 缓冲溶液:称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)以 500 mL 水溶解,过滤后,加入 240 mL 冰乙酸($\rho 1.05 \text{ g/mL}$),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.9 混合溶液:将盐酸羟胺溶液(3.6),邻二氮杂菲溶液(3.7)和缓冲溶液(3.8)以(1+1+3)的体积相混合,贮存于棕色瓶中。贮存期不超过四周。

3.10 铁标准贮存溶液

3.10.1 称取 1.404 5 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 烧杯中,加入少量水和 20 mL 盐酸(3.2),待溶解后,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中。以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 铁。

3.10.2 称取 0.286 0 g 预先在 600℃灼烧过的光谱纯三氧化二铁,置于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.2),加热至完全溶解,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 0.2 mg 铁。

3.11 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.10.1 或 3.10.2)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 铁(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 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

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 15 mL 的盐酸(3.2),待剧烈反应后,缓慢加热至完全溶解,滴加 7 滴~8 滴过氧化氢(3.5),加热驱除过剩的过氧化氢[当铁的质量分数小于 0.01% 时,加入 7 滴~8 滴氯化镍溶液(3.4)助溶,继续加热至糊状,加入 20 mL 水微热溶解盐类],冷却。如有不溶物时应用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤。滤液及洗涤液收集于 250 mL 烧杯中。

注:对于不易被盐酸溶解的铝及铝合金试料,用以下方法代替 6.4.1 进行:

将试料(6.1)置于 100 mL 的银皿(或银杯)中,小心地加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.3),盖上银表皿。加热至试样完全溶解,煮沸 2 min~3 min。若试样中硅的质量分数大于 4% 时,将试液在稍低于沸点的温度下保持 20 min,小心补加因蒸发而损失的水量,煮沸 2 min~3 min。以水洗皿壁及表皿并将试液稀释至 25 mL,加入 20 mL 盐酸(3.1),煮沸至溶液清亮,冷却。如有不溶物用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤滤纸和残渣。滤液及洗涤液收集于 250 mL 烧杯中,冷却。

6.4.2 根据试样中铁含量分别按下述操作:

铁的质量分数在 0.001%~0.006% 时,将试液(6.4.1)全部移入 50 mL 容量瓶中。

铁的质量分数在 >0.006%~0.025% 时,将试液(6.4.1)全部移入 100 mL 容量瓶中。

铁的质量分数在 >0.025%~0.150% 时,将试液(6.4.1)全部移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取此溶液于 100 mL 容量瓶中。

铁的质量分数在 >0.150%~3.50% 时,将试液(6.4.1)全部移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取此溶液于 100 mL 容量瓶中。

表 1

铁的质量分数/%	试液总体积/mL	移取试液体积/mL	吸收池厚度/cm
0.001~0.006	全部	全部	5
>0.006~0.025	全部	全部	2
>0.025~0.15	250	50	2
>0.15~0.5	500	25	2
>0.5~1.0	500	20	2
>1.0~2.0	500	10	2
>2.0~3.5	500	10	1

6.4.3 加入 25 mL 混合溶液(3.9),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

注:当试液中有大量的铜、锌、镍存在时,在给定的酸度下加入过量的邻二氮杂菲溶液,使之形成可溶性的无色络合物,以消除干扰。对于铜的质量分数 5%~11%,锌的质量分数 4%~13% 或镍的质量分数 2%~3% 的铝合金;铜、锌、镍总量 20% 以内的铝合金,用以下方法代替 6.4.3 进行:

按表 1 移取试液于 100 mL 容量瓶中,加入 25 mL 混合溶液(3.9)和 20 mL 邻二氮杂菲溶液(3.7)(在绘制工作曲线时,也要加入相应量的邻二氮杂菲溶液。),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

6.4.4 将部分试液(6.4.3)移入相应的吸收池(见表1)中,以随同试料所做的空白试验溶液(6.3)为参比。于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 系列标准溶液的制备

6.5.1.1 适用于质量分数为0.001%~0.006%的铁含量

移取0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 mL铁标准溶液(3.11),分别置于一组50 mL容量瓶中。

6.5.1.2 适用于质量分数为>0.006%~0.025%的铁含量

移取0、3.00、6.00、9.00、12.00、15.00 mL铁标准溶液(3.11),分别置于一组100 mL容量瓶中。

6.5.1.3 适用于质量分数>0.025%~2.00%的铁含量

移取0、2.50、5.00、10.00、15.00、20.00、25.00 mL的铁标准溶液(3.11),分别置于一组100 mL容量瓶中。

6.5.1.4 适用于质量分数为>2.00%~3.50%铁含量

移取0、15.00、20.00、25.00、30.00、40.00 mL铁标准溶液(3.11),分别置于一组100 mL容量瓶中。

6.5.2 显色

将制备的标准溶液[(6.5.1.1),(6.5.1.2),(6.5.1.3)和(6.5.1.4)]稀释至50 mL左右,加入25 mL混合溶液(3.9),以水稀释至刻度,混匀。放置30 min。

6.5.3 测量

将部分系列标准溶液(6.5.2)移入相应的吸收池(见表1)中,以试剂空白溶液(未加铁标准溶液者)为参比,于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铁的质量分数 $w(\text{Fe})(\%)$;

$$w(\text{Fe}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铁量,单位为毫克(mg);

V_1 ——移取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

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。

铁的质量分数/%:	0.007 1	0.088	0.249	1.059	2.963
重复性限 r / %:	0.000 9	0.006	0.012	0.014	0.051

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

铁的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.007 5	0.001 0
>0.007 5~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.025	0.002 5
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.075	0.008
>0.075~0.100	0.010
>0.100~0.25	0.015
>0.25~0.50	0.03
>0.50~0.75	0.04
>0.75~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.08
>2.00~3.50	0.10

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。

附 录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 793:1973 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 793:1973 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ISO 793:1973 章条编号对照表

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
5	5
6.1	6.1
6.2	—
6.3	6.3
6.4.1~6.4.2	6.4.1、附录 A
6.4.3~6.4.4	6.4.2、6.4.3、附录 B
6.5	6.2
7	7
8	—
—	8
9	—
—	9

附 录 B
(资料性附录)

本部分与 ISO 793:1973 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本部分与 ISO 793:1973 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本部分与 ISO 793:1973 技术性差异及其原因表

本部分的章条编号	技术性差异	原 因
1	将 ISO 793:1973 中的分析限“0.05%~2.5%”扩展为“0.001%~3.5%”。 删除 ISO 793:1973 第 1 章中特殊情况 a) 和 b) 处理方法,将其加入到相应的分析章节	适应我国铝行业发展的需求。 适应我国标准版式
3	删除 ISO 793:1973 国际标准第 3 章中的对水的要求	因根据中国国情,分析用水均为去离子水或蒸馏水
3.1	将 ISO 793:1973 国际标准 3.2 中的 10 N 盐酸的配制方法省略	适应我国标准版式及实际操作习惯
3.3	将 ISO 793:1973 国际标准 3.3 中的 5 N 氢氧化钠的配制方法省略	适应我国标准版式及实际操作习惯
3.6	将 ISO 793:1973 国际标准 3.4.1 中的盐酸羟氨的配制方法省略	适应我国标准版式及实际操作习惯
3.10.2	将 ISO 793:1973 国际标准 3.5.2 中的纯净的三氧化二铁,修改为光谱纯三氧化二铁	将纯净量化,适应中国试剂纯度的分类
4	将 ISO 793:1973 国际标准的 3 个分项仅保留分光光度计	适应我国标准版式习惯
5	将 ISO 793:1973 国际标准的内容简化为“将试样加工成厚度不大于 1 mm 碎屑”	适应我国标准版式习惯
6.1	与 ISO 793:1973 国际标准 6.1 相比,提高了称量精度	适应我国标准版式
6.2	与 ISO 793:1973 国际标准第 6 章相比,增加了“测定次数”	适应我国质量管理
6.4	将 ISO 793:1973 标准中的附录 A 作为注加入到 6.4.1 中。 在 6.4.2 中与 ISO 793:1973 标准的 6.4.1 比增加了低含量点的称样量和改变了含量段。 将 ISO 793:1973 标准中的附录 B 作为注加入到 6.4.3 中	适应我国标准版式。 适应我国标准具体分析限情况。 适应我国标准版式

表 B.1 (续)

本部分的章条编号	技术性差异	原 因
6.5	与 ISO 793:1973 标准 6.2 比增加了下分析限部分标准曲线的绘制,将曲线分解为响应的 4 段	方便操作
7	与 ISO 793:1973 标准第 7 章相比,体积比的表述不同	适应我国标准版式
8	将 ISO 793:1973 标准的第 8 章为注,本部分为精密度。增设允许差一节	适应我国标准体制
9	与 ISO 793:1973 标准相比将试验报告去掉,增加了“质量控制与保证”	满足我国质量管理,适应我国标准版式


美析仪器
 MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



专业光度计系列生家

HTTP://www.macylab.com TEL: 010-68533533

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

铝及铝合金化学分析方法

第 4 部分:铁含量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

GB/T 20975.4—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 16 千字

2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

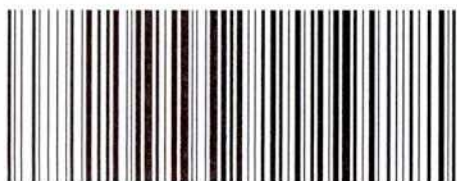
*

书号:155066·1-31690 定价 14.00 元

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 20975.4—2008