

中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.10—2008
代替 GB/T 6987.10—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 10 部分：锡含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys
—Part 10: Determination of tin 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 6987《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: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:铋含量的测定 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 10 部分。对应于 ASTM E34:2002《铝及铝合金化学分析方法》中锡含量测定的部分,一致性程度为修改采用。

本部分代替 GB/T 6987.10—2001《铝及铝合金化学分析方法 苯基荧光酮分光光度法测定锡量》。

本部分与 GB/T 6987.10—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;
- 增加了“方法二:碘酸盐(滴定)法”。

本部分的“方法一:苯基荧光酮分光光度法”为锡含量在 0.005%~0.35%(含 0.35%)的铝及铝合金仲裁方法,“方法二:碘酸盐(滴定)法”为锡含量在 0.35%~1.0%(不含 0.35%)的铝及铝合金仲裁方法。

GB/T 20975.10—2008

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：东北轻合金有限责任公司。

本部分方法一主要起草人：李文志、刘双庆、高振中、王涛、席欢、葛立新、范顺科。

本部分方法二主要起草人：刘双庆、周兵、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 6987.10—1986、GB/T 6987.10—2001。

铝及铝合金化学分析方法

第 10 部分:锡含量的测定

方法一 苯基荧光酮分光光度法

1 范围

本方法规定了铝及铝合金中锡含量的测定方法。

本方法适用于铝及铝合金中锡含量的测定。测定范围:0.005%~0.35%。

2 方法提要

试料以硫酸溶解,过滤回收残渣中锡。在硫酸介质中,用抗坏血酸还原铁,动物胶为分散剂,以苯基荧光酮显色。当钛的质量分数大于 0.015%时,空白中加入与试料等量钛抵消其影响。当锆的质量分数大于 0.015%时,空白中加入与试料等量锆抵消其影响。于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 铝($\geq 99.99\%$,不含锡、钛和锆)。

3.2 硫酸($\rho 1.84$ g/mL)。

3.3 氢氟酸($\rho 1.14$ g/mL)。

3.4 过氧化氢($\rho 1.10$ g/mL)。

3.5 硫酸[$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4.0$ mol/L]:取 225 mL 硫酸(3.2)于水中,冷却并稀释至 1 000 mL,用氢氧化钠溶液(4.0 mol/L)标定。

3.6 硫酸(1+9)。

3.7 硝酸(1+1)。

3.8 酒石酸溶液(50 g/L)。

3.9 抗坏血酸溶液(20 g/L,用时现配)。

3.10 动物胶溶液(2.5 g/L,用时现配)。

3.11 苯基荧光酮溶液(0.3 g/L):称取 0.300 g 苯基荧光酮溶于 500 mL 无水乙醇中,加入 30 mL 硫酸(3.5),20 mL 水,放置一天,过滤于 1 000 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,混匀。

3.12 铝溶液(2.5 mg/mL):称取 0.625 0 g 预先酸洗的铝(3.1),置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 24.5 mL 的硫酸(3.5),加热至完全溶解,冷却。移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.13 锡标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 锡,置于 100 mL 烧杯中,加入 10.0 mL 硫酸(3.2),加热至完全溶解,继续加热至冒白烟,冷却。加入 25.0 mL 硫酸(3.2),以硫酸(3.6)洗入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(3.6)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.2 mg 锡。

3.14 锡标准溶液(0.005 mg/mL):移取 12.50 mL 锡标准贮存溶液(3.13)于 500 mL 容量瓶中,用硫酸(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 锡。

3.15 钛溶液(0.1 mg/mL):称取 0.100 0 g 钛,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(3.2)加热至完全溶解,冷却。移入含有 200 mL 水的 400 mL 烧杯中,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻

GB/T 20975.10—2008

度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 钛。

3.16 锆溶液(0.1 mg/mL):称取 0.100 0 g 锆,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(3.2)加热至完全溶解,冷却。移入含有 200 mL 水的 400 mL 烧杯中,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锆。

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

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

锡 量/%	试料量/g	溶解试样用硫酸	试液总体积	移取体积	补加硫酸(3.5) 体积
		(3.5)体积	mL		
0.005~0.040	0.25	19.0	100	20.00	—
>0.04~0.10				5.00	2.40
>0.10~0.35	0.20	42.0	250	5.00	2.40

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

按表 1 随同试料称取纯铝(3.1)做空白试验。当试料中钛的质量分数大于 0.015%时,加入与试料等量的钛。当试料中锆的质量分数大于 0.015%时,加入与试料等量的锆。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,盖上表皿。按表 1 加入硫酸(3.5),待剧烈反应停止后,加入数滴过氧化氢(3.4),缓慢加热至完全溶解。用慢性定量滤纸过滤于适当的容量瓶中(见表 1“试液总体积”),用水洗涤烧杯和沉淀 8 次~10 次。

将残渣连同滤纸置于铂坩锅中,烘干后于 500℃~600℃灰化完全(勿使滤纸燃着),冷却。加入 5 滴~6 滴硫酸(3.5),2 mL 氢氟酸(3.3),滴加硝酸(3.7)至溶液清亮,加热蒸发至无白烟,于 700℃灼烧数分钟,冷却。加入数滴硫酸(3.5),洗入少量水,加热至残渣完全溶解(必要时过滤),将此溶液合并于主滤液中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 移取试液(6.4.1)于 50 mL 容量瓶中并补加硫酸(3.5)。加入 2 mL 酒石酸溶液(3.8),5 mL 抗坏血酸溶液(3.9),2 mL 动物胶溶液(3.10),2.5 mL 苯基荧光酮溶液(3.11)。以水稀释至刻度,混匀。放置 40 min。

6.4.3 将部分试液(6.4.2)移入 2 cm 吸收池中,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锡量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 锡标准溶液(3.14)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 20.0 mL 铝溶液(3.12),依次补加 1.90、1.60、1.40、1.00、0.50 和 0 mL 硫酸(3.5)。加入 2 mL 酒石酸

溶液(3.8)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.9)、2 mL 动物胶溶液(3.10)、2.5 mL 苯基荧光酮溶液(3.11)。以水稀释至刻度,混匀。放置 40 min。

6.5.2 将部分标准系列溶液(6.5.1)移入 2 cm 吸收池中,以试剂空白溶液(不加锡标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以锡量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算锡的质量分数 $w(\text{Sn})(\%)$:

$$w(\text{Sn}) = \frac{m_1}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——自工作曲线上查得的锡量,单位为克(g);
- m_0 ——称取试料的质量,单位为克(g);
- V_1 ——移取试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——试液的总体积,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。

锡的质量分数/%:	0.007 0	0.073	0.116	0.30
重复性限 r /%:	0.000 60	0.004 0	0.011	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 所列允许差。

表 2

锡的质量分数/%	允许差/%
0.005~0.010	0.001
> 0.010~0.025	0.002
> 0.025~0.050	0.005
> 0.050~0.10	0.01
> 0.10~0.25	0.02
> 0.25~0.35	0.03

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 碘酸盐(滴定)法

10 适用范围

本方法适用于测定含量在 0.03%~1.0%的锡。

GB/T 20975.10—2008

11 方法提要

样品用盐酸溶解而与其他不溶物分离。在惰性气体保护下和铈存在时锡被铝还原。以淀粉做指示剂,二价锡用碘酸盐滴定。

12 干扰

12.1 通常铝及铝合金中存在的元素,其含量在表3规定的最大含量范围内不干扰测定。

表 3

元素	含量范围(质量分数)/%
Be	0.000 03~0.01
Bi	0.02~1.0
B	0.005~0.060
Cd	0.001~0.50
Cr	0.01~1.0
Cu	0.01~20.0
Ga	0.001~0.05
Fe	0.01~3.0
Pb	0.01~1.0
Li	0.001~4.0
Mg	0.002~12.0
Mn	0.005~2.0
Ni	0.01~4.0
Si	0.05~20.0
Ti	0.002~0.30
V	0.002~0.16
Zn	0.003~12.0
Zr	0.01~0.30

13 装置

锡还原装置。

14 试剂

14.1 铝:片状或箔状。

14.2 铈:粉末状。

14.3 碘酸钾标准溶液:按试剂No.12的要求配制。用0.594 5 g试剂代替原来规定的量。取与待测试样含锡量相当的标准溶液(0.001 g/mL锡)量进行标定。按分析步骤15.1.2、15.1.3和15.2的要求测出消耗的碘酸钾标准溶液的量。按下式计算碘酸钾溶液对锡的滴定度。

$$\text{锡的滴定度(g/mL)} = A/B$$

式中:

A——所用锡标准溶液含锡的质量,单位为克(g);

B——滴定锡所消耗碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

- 14.4 碳酸氢钠溶液(100 g/L):称取 100 g 碳酸氢钠(NaHCO_3)溶解于水中,稀释至 1 L。
 14.5 碳酸氢钠片(10 粒)。
 14.6 淀粉-碘化钾溶液:按试剂 No. 110 的要求配制。用 40 g 碘化钾代替原来的量。
 14.7 锡标准溶液(0.001 g/mL):按试剂 No. 19 的要求配制。

15 分析步骤

15.1 试液

15.1.1 称取 1.0 g~3.0 g 的试样,准至 1 mg,置于 500 mL 烧瓶,加入 0.25 g 铈及 150 mL 盐酸(1+2),反应平稳后,加热溶液至沸约 10 min,使锡完全溶解,用中速滤纸过滤,用盐酸(1+2)洗涤。

注:如果试样在用盐酸溶解时无明显不溶解残渣,可不必过滤。

15.1.2 将母液返回原烧瓶,加入 0.25 g 铈、0.5 g 铝,用特制的塞子及虹吸管塞紧烧瓶,按装置 No. 7A 的要求。

15.1.3 轻微煮沸 10 min~15 min(至金属铈、金属铝溶解),将烧瓶放在冷水浴中,虹吸管出口插入碳酸氢钠溶液中,溶液冷却后,拔掉塞子,立即加入 4 片碳酸氢钠和 5 mL 新配的淀粉-碘化钾溶液,用碘酸钾标准溶液快速滴定至稳定的蓝色为终点。

15.1.4 试剂空白

使用相同量的试剂与样品测定同步进行试剂空白测定。

16 分析结果的计算

按公式(2)计算锡的质量分数 $w(\text{Sn})(\%)$:

$$w(\text{Sn}) = [(V_1 - V_0) \times C/m] \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_1 ——滴定试液所消耗碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

C ——碘酸钾溶液对锡的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝及铝合金化学分析方法
第 10 部分:锡含量的测定
GB/T 20975.10—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

*

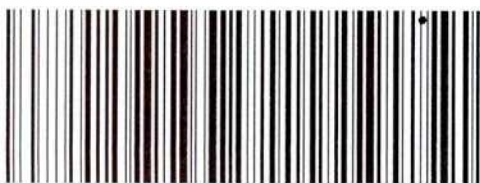
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31696 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 20975.10-2008