



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.2—2007

铝及铝合金化学分析方法 第2部分：砷含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of aluminium and aluminium alloys
—Part 2: Determination of arsenic content
—Molybdenum blue spectrophotometric method

2007-04-30 发布

2007-11-01 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 20975.2—2007《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 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 新亚铜灵分光光度法、火焰原子吸收光谱法
- 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 钼蓝分光光度法、重量法
- 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 火焰原子吸收光谱法、EDTA 滴定法
- 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 苯基荧光酮分光光度法
- 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 二安替吡啉甲烷分光光度法、过氧化氢分光光度法
- 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 丁二酮肟分光光度法、火焰原子吸收光谱法
- 第 15 部分：硼含量的测定 离子选择电极法
- 第 16 部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法、CDTA 滴定法
- 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 萃取分离-二苯基碳酰二肼光度法、火焰原子吸收光谱法
- 第 19 部分：钴含量的测定 二甲酚橙分光光度法
- 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 三溴偶氮胂分光光度法、草酸盐重量法
- 第 25 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为 GB/T 20975 的第 2 部分。

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并负责解释。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

本部分由广州有色金属研究院、西南铝业(集团)有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人：李跃平、石磊、张炜华、张树朝、戴凤英、刘天平、张永进、祝晓玫。

铝及铝合金化学分析方法

第2部分：砷含量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了纯铝中砷含量的测定方法。

本部分适用于纯铝中砷含量的测定,测定范围:0.000 5%~0.020%。

2 方法提要

试料用硫酸、盐酸、硝酸混合酸溶解。用四氯化碳从盐酸溶液中萃取三价砷的碘化物,然后将其转入到水相,用碘使三价砷氧化为五价砷后使之与钼酸铵形成有色络合物,于分光光度计波长 850 nm 处,测量吸光度。

3 试剂

分析用水均为亚沸蒸馏水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL):高纯。

3.2 盐酸(1+1):高纯。

3.3 硫酸(1+1):优级纯。

3.4 硝酸(1+1):优级纯。

3.5 混和酸:将等体积的盐酸(3.2)、硫酸(3.3)、硝酸(3.4)混合。

3.6 碘化钾溶液(500 g/L)。

3.7 碘饱和溶液:将 25 g 碘化钾(3.6)溶于 250 mL 水中,加 20 g 结晶碘,溶液放置过夜。如果碘全部溶解,则再添加一些结晶碘,直到获得饱和溶液。

3.8 抗坏血酸溶液(4 g/L,用时现配)。

3.9 钼酸铵溶液(7 g/L 的 1 mol/L 硫酸溶液)。

3.10 酒石酸锑钾(1.5 g/L,用时现配)。

3.11 四氯化碳。

3.12 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(优级纯)溶于 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)中,用盐酸(1+1)酸化至刚果红纸呈蓝色,用水将溶液转入 1 000 mL 容量瓶中,定容。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 砷。

3.13 砷标准溶液:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.12)于 500 mL 容量瓶中,用水稀至刻度混匀。此溶液 1 mL 含 2 μ g 砷。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

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

砷的质量分数/%	试料质量/g
0.000 5~0.003	0.500 0
>0.003~0.020	0.100 0

6.2 测定次数

独立进行两次测定,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 称取试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,分次加入 40 mL 混合酸(3.5),剧烈反应停止后,加入 10 mL 硫酸(3.3),低温蒸发至刚冒白烟,取下冷却,用少量水冲洗杯壁,摇匀。重复蒸发至刚冒白烟,冷却至室温。向烧杯中加入 20 mL 水,40 mL 盐酸(3.1),加热至盐类溶解(不必煮沸),冷却至室温。

6.4.2 将试液转入 250 mL 分液漏斗中,用 20 mL 盐酸(3.1)洗涤杯壁,加入 1 mL 碘化钾溶液(3.6),混匀,放置 10 min。加入 20 mL 四氯化碳(3.11),振荡 1 min。静置分层后,将有机相转入第二个 250 mL 分液漏斗中。在第一个分液漏斗中加入 20 mL 四氯化碳(3.11),振荡 1 min。静置分层后,将有机相合并到第二个分液漏斗中。于盛有有机相的第二个分液漏斗中加入 20 mL 水,振荡 1 min。静置分层后,将有机相弃去,水相转入 50 mL 容量瓶中。

6.4.3 在摇动下,往容量瓶中逐滴加入碘饱和溶液(3.7),直到碘的颜色不再消失,5 min 后,逐滴加入抗坏血酸溶液(3.8)直到溶液褪色,加入 10 mL 钼酸铵溶液(3.9)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.8)和 1 mL 酒石酸锑钾溶液(3.10),用水稀释到刻度,混匀。于 20℃~30℃放置 40 min。

6.4.4 将部分试液(6.4.3)和随同试料所作的空白试验溶液(6.3)移入 5 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 850 nm 处,测量其吸光度,以试液(6.4.5)的吸光度减去空白试验溶液(6.3)的吸光度,从工作曲线上查出相应的砷含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,10.00 mL 砷标准溶液(3.13)于 50 mL 容量瓶中,以下操作按 6.4.3 进行。

6.5.2 将部分系列标准溶液(6.5.1)移入 5 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 850 nm 处,测量其吸光度,以砷含量为横坐标,以标准溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 测定结果的计算

按公式(1)计算砷的质量分数 $w(\text{As})(\%)$:

$$w(\text{As}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的砷量,单位为微克(μg);

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)按表 2 中数据采用线性内插法求得:

表 2

砷的质量分数/%	重复性限/%
0.000 6	0.000 1
0.001 8	0.000 3
0.010 5	0.001 9

8.2 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

砷的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001~0.005 0	0.000 4
>0.005 0~0.010	0.001
>0.010~0.020	0.002

9 质量控制

在分析时,应用标准样品或控制样品进行校核,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 2 部分：砷含量的测定
钼蓝分光光度法
GB/T 20975.2—2007

*

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

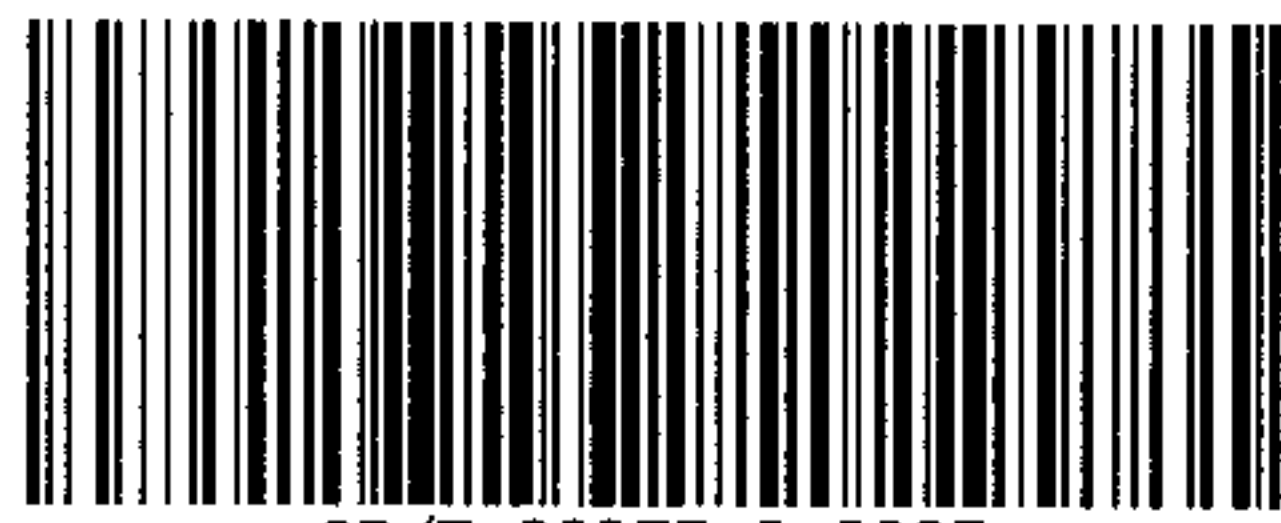
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2007 年 8 月第一版 2007 年 8 月第一次印刷

*

书号：155066·1-29853 定价 10.00 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 20975.2-2007