

中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.24—2008
代替 GB/T 6987.24—2001, GB/T 6987.32—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 24 部分：稀土总含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 24: Determination of total rare earth contents

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 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
- 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 离子选择电极法
- 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 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 24 部分。

本部分代替 GB/T 6987.24—2001《铝及铝合金化学分析方法 三溴偶氮胂分光光度法测定铈组稀土元素总量》和 GB/T 6987.32—2001《铝及铝合金化学分析方法 草酸盐重量法测定稀土总量》。本次修订将 GB/T 6987.32—2001 的有关内容纳入本部分。

本部分与 GB/T 6987.24—2001 相比主要变化如下:

- 将 GB/T 6987.24—2001 和 GB/T 6987.32—2001 分别作为本部分的“方法一”和“方法二”;
- 两个方法中均增加了“重复性”和“质量保证与控制”条款。

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 20975.24—2008

本部分方法一起草单位：中国铝业股份有限公司西北铝加工分公司。

本部分方法二起草单位：北京有色金属研究总院起草。

本部分方法一主要起草人：王俊峰、姚文殊、田永红、席欢、葛立新、范顺科。

本部分方法二主要起草人：童坚、刘英、臧慕文、刘兵、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 6987.24—1988、GB/T 6987.24—2001；

——GB/T 6987.32—2001。

铝及铝合金化学分析方法

第 24 部分：稀土总含量的测定

方法一：三溴偶氮胂分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中铈组稀土元素总含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中铈组稀土元素总含量的测定。测定范围：0.001 0% ~ 1.50%。

2 方法提要

试料以盐酸溶解，在盐酸-草酸介质中，以过氧化氢和乙醇消除四价钛离子和三价铁离子共存时的干扰，铈组稀土元素与三溴偶氮胂生成稳定的蓝紫色络合物，于分光光度计波长 634 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水乙醇。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 过氧化氢(1+19)。

3.4 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液(80 g/L)。

3.5 铝溶液(20 mg/mL)：称取 20.00 g 纯铝($\geq 99.9\%$ ，不含稀土元素)于 2 000 mL 烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为 600 mL 的盐酸(3.2)。缓慢加热至溶解完全，取下，冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.6 三溴偶氮胂[2-(2-胂酸基苯偶氮)-7-(2,4,6-三溴苯偶氮)-1,8-二羟基-3,6-萘二磺酸]溶液(0.5 g/L)。

3.7 铈标准贮存溶液(1 mg/mL)：称取 0.614 2 g 二氧化铈(纯度大于 99.9%，预先在 800℃~900℃马弗炉中灼烧 30 min，取下稍冷，于干燥器中放置 60 min 后称量)，精确至 0.000 1 g，置于 200 mL 烧杯中，加入 5 mL 高氯酸($\rho 1.67 \text{ g/mL}$)、2 mL 过氧化氢($\rho 1.10 \text{ g/mL}$)，盖上表皿，低温加热至二氧化铈完全溶解，蒸发至近干。取下，稍冷，加入 50 mL 盐酸(3.2)，6 滴过氧化氢(3.3)，加热煮沸使盐类完全溶解并使过氧化氢分解完全，取下，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，加入 35 mL 盐酸(3.2)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

注：在本标准测定条件下，铈或铈组稀土元素与三溴偶氮胂所生成络合物的吸光度一致，故可用铈代替铈组稀土元素总量为标准。

3.8 铈标准溶液(20 $\mu\text{g/mL}$)：移取 5.00 mL 铈标准贮存溶液(3.7)于 250 mL 容量瓶中，加入 40 mL 盐酸溶液(3.2)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 铈(用时现配)。

3.9 铈标准溶液(2 $\mu\text{g/mL}$)：移取 25.00 mL 铈标准溶液(3.8)于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 铈(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 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

根据铈组稀土元素总含量,按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

铈组稀土元素 总质量分数 /%	试料 /g	试液 体积	移取试液(6.4.1) 体积	补加铝溶液(3.5) 体积	吸收池厚度/cm
0.001 0~0.010	1.000 0	100	10.00	0	2
>0.010~0.10	0.500 0	250	5.00	4.50	2
>0.10~0.60	0.250 0	500	5.00	5.00	1
>0.60~1.50	0.250 0	500	2.00	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(3.5)于 25 mL 容量瓶(或比色管)中,以下按 6.4.3 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(3.2),低温加热至试料溶解完全,取下,冷却,用中速滤纸过滤于如表 1 所示试液体积相对应的容量瓶中,吹洗烧杯及滤纸各 5 次~8 次,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 要求移取试液(6.4.1)于 25 mL 容量瓶(或比色管)中,并补加相应体积的铝溶液(3.5)。

6.4.3 加入 2.0 mL 盐酸溶液(3.2)、2.0 mL 草酸溶液(3.4)、2.0 mL 乙醇(3.1)、3 滴过氧化氢(3.3),充分混匀。加入 2.00 mL 三溴偶氮胂溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 将部分试液(6.4.3)置于表 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 634 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铈组稀土元素总量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 绘制含铈组稀土元素总质量分数为 0.001 0%~0.10% 范围的工作曲线:

于一组 25 mL 容量瓶(或比色管)中,各加入 5.0 mL 铝溶液(3.5),依次分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、3.50 mL、5.00 mL 铈标准溶液(3.9),以下按 6.4.3 进行操作。

6.5.2 绘制含铈组稀土元素总质量分数为 >0.10%~1.50% 范围的工作曲线:

于一组 25 mL 容量瓶(或比色管)中,各加入 5.0 mL 铝溶液(3.5),依次分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、6.50 mL、7.50 mL 铈标准溶液(3.9),以下按 6.4.3 进行操作。

6.5.3 将部分系列标准溶液(6.5.1 或 6.5.2)置于表 1 所规定的吸收池中,以试剂空白溶液(未加铈标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 634 nm 处测量其吸光度,以铈量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铈组稀土元素总量的质量分数(%):

$$w(\text{RE}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铈组稀土元素总量,单位为微克(μg);

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);

m_0 ——称取试料的质量,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。

铈的质量分数/%:	0.001 0	0.020	0.16	1.50
重复性限 r /%:	0.000 17	0.001 8	0.010	0.048

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 2 所列的允许差。

表 2

铈组稀土元素总的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.002 5	0.000 3
>0.002 5~0.005 0	0.000 7
>0.005 0~0.007 5	0.001 0
>0.007 5~0.010	0.001 2
>0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.007
>0.050~0.075	0.010
>0.075~0.100	0.012
>0.100~0.25	0.015
>0.25~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05
>1.00~1.50	0.08

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：草酸盐重量法

10 范围

本部分规定了铝及铝合金中稀土总量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中稀土总量的测定。测定范围： $>1.50\%$ 。

11 方法提要

试料用氢氧化钠溶液溶解，使得 Al、Mg、Ca、Zn、Si 等得以分离，在 pH2.0 酸度下用草酸丙酮溶液作为沉淀剂沉淀稀土，于 900℃ 将草酸稀土灼烧成氧化物，称其质量。由氧化稀土总量，根据试样所含各单一稀土相对比例及其氧化物组成，求算稀土元素总量。

12 试剂

12.1 过氧化氢($\rho 1.10$ g/mL)。

12.2 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

12.3 盐酸(1+19)。

12.4 氨水(1+4)。

12.5 草酸丙酮溶液(40 g/L)：溶解 40 g 草酸于 1 L 丙酮中。

12.6 百里酚蓝乙醇溶液(1 g/L)：溶解 0.1 g 百里酚蓝于 100 mL 乙醇中。

12.7 草酸洗液(10 g/L)：溶解 10 g 草酸于 1 L 水中，用氨水(12.4)调节 pH 值至 2.0。

13 仪器

马弗炉。

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 测定

15.3.1 将试料(15.1)置于 200 mL 烧杯中，盖上表面皿加入 40 mL 氢氧化钠溶液(12.2)，待剧烈反应停止后，继续加热至试料完全分解。补加水至体积 100 mL，煮沸 1 min。取下，冷却，以慢速定量滤纸过滤，沉淀用热水洗涤至近中性(pH7~pH8)。

15.3.2 将沉淀连同滤纸转移入原烧杯中，加入 20 mL 盐酸(12.3)，加热至沉淀溶解，用玻璃棒将滤纸搅碎，补加 1 mL 过氧化氢(12.1)，煮沸至无小泡，加水至 80 mL，煮沸，取下，冷却。不断搅拌下加入 20 mL 草酸丙酮溶液(12.5)，加入 5 滴百里酚蓝乙醇溶液(12.6)，用氨水(12.4)调 pH 值为 1.8~2.2，以水稀释至 100 mL。在 80℃ 水浴中保温 1 h，自然冷却至室温。用慢速定量滤纸过滤，以草酸洗液(12.7)洗涤烧杯和沉淀各 7 次~8 次。将滤纸及沉淀移入已恒重的瓷坩埚中，在电炉上灰化。

15.3.3 于马弗炉 900℃ 灼烧 1 h，取出，置于干燥器中冷却 1 h 后称量。

15.3.4 重复操作 15.3.3 至质量恒定。

16 分析结果的计算

按式(2)计算稀土总量的质量分数(%):

$$w(\text{RE}) = \frac{m_1 \times 0.831}{m_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——试验所得沉淀质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

0.831——稀土氧化物换算为稀土的系数。

17 精密度

17.1 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。

稀土的质量分数/%:	1.49	4.98	10.00
重复性限 r /%:	0.12	0.10	0.09

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列的允许差。

表 3

稀土的质量分数/%	允许差/%
>1.50~10.00	0.15

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 24 部分：稀土总含量的测定
GB/T 20975.24—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

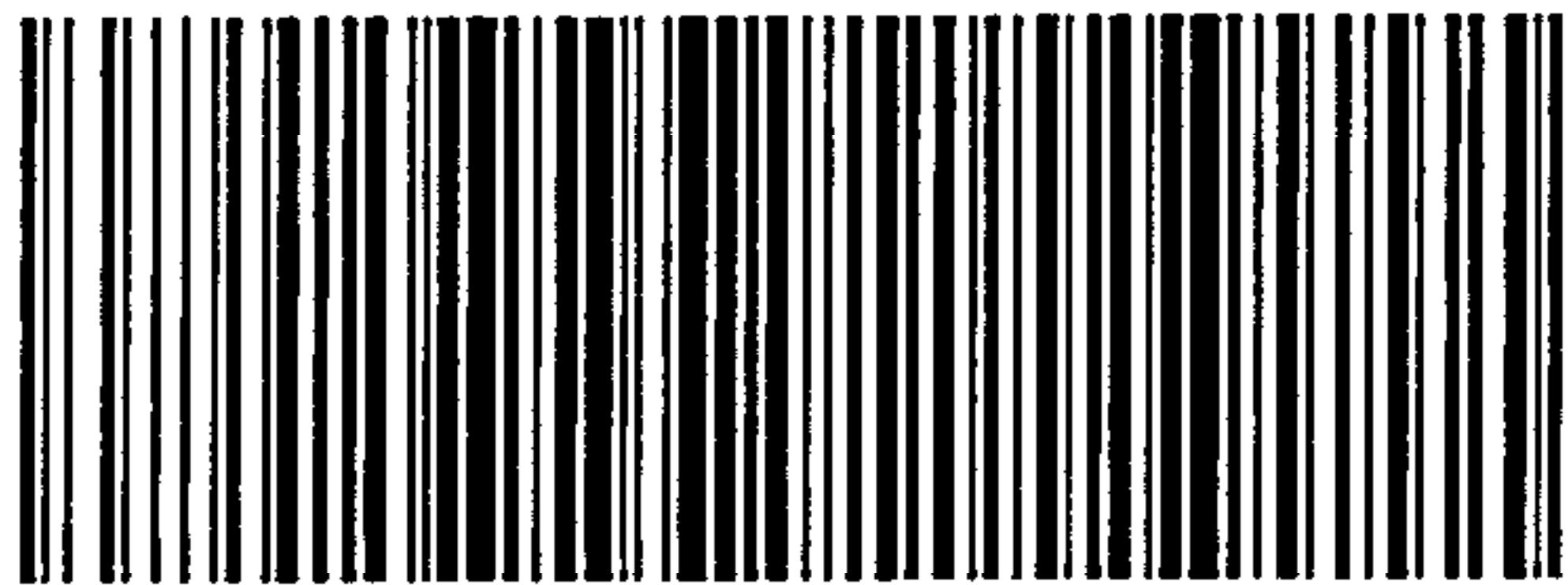
*

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：155066·1-31675

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 20975.24—2008