



中华人民共和国国家标准

GB/T 6987.1~6987.32—2001

标准分享网
www.bzfxw.com
免费 专业 丰富

铝及铝合金化学分析方法

Methods for chemical analysis of
aluminum and aluminum alloys

2001-07-10 发布

2001-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 6987.1~6987.21—1986、GB/T 6987.22~6987.23—1987、GB/T 6987.24—1988 的修订,本次修订主要有以下变化:

——修订前共测定 18 个元素,有 24 个分析方法,修订后共测定 22 个元素,有 32 个分析方法;

——新增加了镨、锂、硼、锶四种元素的分析方法,分别是 GB/T 6987.25、GB/T 6987.26、GB/T 6987.27、GB/T 6987.28;

——新制定了铜、铬、钛、稀土元素的分析方法,分别是 GB/T 6987.29、GB/T 6987.30、GB/T 6987.31、GB/T 6987.32;

——为适应实际情况,GB/T 6987.5、GB/T 6987.9、GB/T 6987.10、GB/T 6987.11、GB/T 6987.12、GB/T 6987.13、GB/T 6987.19、GB/T 6987.20、GB/T 6987.22、GB/T 6987.23、GB/T 6987.24 等 11 个分析方法扩大了元素的分析范围;

——其余 13 个分析方法经编辑性整理后予以重新确认。

本标准中有 17 个分析方法非等效采用国际标准,具体采用情况见表 1。

表 1

序号	分标准编号	分标准名称	采用国际标准
1	GB/T 6987.1	电解重量法测定铜量	ISO 796:1973
2	GB/T 6987.2	草酰二肼分光光度法测定铜量	ISO 795:1976
3	GB/T 6987.3	火焰原子吸收光谱法测定铜量	ISO 3980:1977
4	GB/T 6987.4	邻二氮杂菲分光光度法测定铁量	ISO 793:1973
5	GB/T 6987.5	重量法测定硅量	ISO 797:1973
6	GB/T 6987.6	钼蓝分光光度法测定硅量	ISO 808:1973
7	GB/T 6987.7	高磷酸钾分光光度法测定锰量	ISO 886:1973
8	GB/T 6987.8	EDTA 滴定法测定锌量	ISO 1784:1976
9	GB/T 6987.9	火焰原子吸收光谱法测定锌量	ISO 5194:1981
10	GB/T 6987.11	火焰原子吸收光谱法测定铅量	ISO 4192:1981
11	GB/T 6987.12	二安替吡啉甲烷分光光度法测定钛量	ISO 6827:1981
12	GB/T 6987.14	丁二酮肟分光光度法测定镍量	ISO 3979:1977
13	GB/T 6987.15	火焰原子吸收光谱法测定镍量	ISO 3981:1977
14	GB/T 6987.16	CDTA 滴定法测定镁量	ISO 2297:1973
15	GB/T 6987.17	火焰原子吸收光谱法测定镁量	ISO 3256:1977
16	GB/T 6987.18	火焰原子吸收光谱法测定铬量	ISO 4193:1981
17	GB/T 6987.30	萃取分离-二苯基碳酸二肼分光光度法测定铬量	ISO 3978:1976

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6987.1~6987.21—1986、GB/T 6987.22~6987.23—1987、GB/T 6987.24—1988。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准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。

本标准由东北轻合金有限责任公司、郑州轻金属研究院、抚顺铝厂、兰州铝业股份有限公司西北铝加工分公司、本溪合金有限责任公司、北京有色金属研究总院、西南铝业(集团)有限责任公司、中国长城铝业公司、贵州铝厂起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.1~6987.21—1986；
- GB/T 6987.22~6987.23—1987；
- GB/T 6987.24—1988。

前 言

本标准是对 GB/T 6987.1—1986《铝及铝合金化学分析方法 电解重量法测定铜量》的重新确认，并进行了编辑性整理。

本标准非等效采用国际标准 ISO 796:1973《铝合金-铜量测定-电解重量法》。根据我国产品情况，未采用含铋或锡的铝合金的特殊处理方法。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.1—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司负责起草。

本标准由抚顺铝厂起草。

本标准主要起草人：徐铁玲、吴玉春、孟莲芝。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

铝及铝合金化学分析方法 电解重量法测定铜量

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of copper content
—Electrolytic gravimetric method

GB/T 6987.1—2001
neq ISO 796:1973

代替 GB/T 6987.1—1986

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中铜含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中铜含量的测定。测定范围： $\geq 0.50\%$ 。

2 方法提要

试样以高氯酸、硝酸混合酸溶解。硅用高氯酸脱水，过滤。挥发含硅残渣并从中回收铜，合并于滤液中，加入硝酸后电解，称量电极上的铜量。

3 试剂

3.1 氨基磺酸($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)。

3.2 氢氟酸($\rho 1.14 \text{ g/mL}$)。

3.3 氢溴酸($\rho 1.49 \text{ g/mL}$)。

3.4 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 高氯酸(1+1)。

3.8 硫酸：小心将 35 mL 硫酸(1.84 g/mL)缓慢加入水中，冷却后以水稀释至 100 mL，混匀。

3.9 乙醇(95%)。

3.10 溴水(饱和溶液)。

4 仪器

电解仪，带搅拌装置。

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

6.1.1 按表 1 称取试样，精确至 0.001 g。

表 1

铜的质量分数, %	试料量, g	高氯酸(3.7)体积, mL	硝酸(3.4)体积, mL
0.50~2.00	5.000	180	5
>2.00~5.00	2.000	75	5
>5.00	1.000	40	5

6.1.2 由于锡干扰铜的电解沉积,对于含锡且锡的质量分数小于6%的铝合金,根据预计的铜的质量分数和锡的质量分数按表2称取试样,精确至0.001 g。

表 2

铜的质量分数, %	锡的质量分数, %	试料, g	高氯酸(3.7), mL	氢溴酸(3.3), mL	溴水(3.10), mL
>0.500~2.000	<6	5.000	250	30	20
>2.000~5.000	<6	2.000	110	15	10
>5.000	<6	1.000	70	10	10

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 试料的分解

6.3.1.1 将试料(6.1.1)置于500 mL锥形烧杯中,盖上表皿,依次加入在使用前按表1配制的高氯酸(3.7)和硝酸(3.4)的混合酸。适当加热使之溶解,必要时进行冷却。

注:如果试料溶解困难,可滴加数滴盐酸(3.6),待试料完全溶解后,将溶液蒸至冒大量高氯酸白烟(防止溅出),继续蒸发并冒烟15 min~20 min,冷却。根据试料量,加沸水约200 mL~400 mL,搅拌并煮沸5 min。

6.3.1.2 对于含锡且锡的质量分数小于6%的铝合金,以下述方法代替6.3.1.1进行。

将试料(6.1.2)置于600 mL烧杯中。再按表2加入高氯酸(3.7),盖上表皿。依次小心加入在使用前按表2配制的氢溴酸(3.3)和溴水(3.10)(在通风橱中进行),适当加热。完全溶解后,用水洗涤表皿并移去。继续加热浓缩直至浓高氯酸冒白烟,继续冒烟5 min,盖上表皿,继续加热约20 min,取下冷却。根据试料量加沸水200 mL~400 mL,搅拌并煮沸5 min。

6.3.2 过滤和洗涤

放置温处(40℃~60℃)使残渣下沉。用含有少量纸浆的中速滤纸过滤,用热水仔细清洗烧杯、残渣和滤纸。收集滤液和洗涤液于500 mL烧杯中,保留此主试液。

注:必须充分洗涤,因为硅沉淀中含有微量的高氯酸,在滤纸灰化时,可能导致溅出。

6.3.3 回收铜

将滤纸和残渣放入铂坩锅中,于烘箱中100℃~120℃烘干,然后小心在500℃~600℃将滤纸灰化完全(勿使滤纸燃着),冷却。加入1 mL硫酸(3.8),2 mL~5 mL氢氟酸(3.2),滴加硝酸(3.5)直至试液完全清亮,并蒸发至干。再用少量热水和1 mL高氯酸(3.7)加热溶解,必要时过滤,将此溶液并入主试液中。

6.3.4 电解

6.3.4.1 将网状阴极在800℃~900℃内灼烧,冷却。浸入乙醇(3.9)中,取出后于烘箱100℃~110℃烘至乙醇完全挥发(约10 min),取出,放入干燥器中,冷却后称量至恒量。

6.3.4.2 调整溶液体积约为200 mL~300 mL,加入6 mL~10 mL硝酸(3.5)和1 g氨基磺酸(3.1),装上电极,盖上烧杯并连接电极于电解仪上。电极表面电流密度为0.5 A/dm²~1 A/dm²,在搅拌下电解(约100 min~130 min)。

6.3.4.3 加水提高电解液的液面约1 cm(以检查铜在阴极上是否沉淀完全)。加入1 g氨基磺酸(3.1)

继续电解 15 min~30 min,如果在新浸入试液中的电极部分上有铜析出,再加入水提高液面继续电解数分钟,直至不再有铜析出,此时不要中断电流,将装有电解液的烧杯移开,并立即更换盛有足量水的大烧杯,使电极全部浸入水中。

6.3.4.4 几秒钟后,移开烧杯。切断电流。卸下电解仪上的电极,将阴极迅速浸入乙醇(3.9)中洗涤,取出。于烘箱 100℃~110℃烘至乙醇完全挥发(10 min)。取出,放入干燥器中,冷却后称量至恒量。

6.3.4.5 至电解完全时,将电解液用对铜很灵敏的试剂检查,不能有明显反应。

注:为了进一步检查阴极质量,可将沉淀在阴极上的铜溶解于硝酸(3.4或3.5)中,仔细洗涤阴极。然后按6.3.4.1所述方法检查阴极的质量。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铜的质量分数:

$$w(\text{Cu}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: $w(\text{Cu})$ ——铜的质量分数, %;

m_1 ——阴极和沉淀铜的质量, g;

m_2 ——电解前阴极的质量, g;

m_0 ——试料的质量, g。

8 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

%

铜的质量分数	允 许 差
0.50~0.75	0.03
>0.75~1.00	0.04
>1.00~3.00	0.10
>3.00~5.00	0.15
>5.00~7.50	0.20
>7.50~12.00	0.30