



200×-××-××实施

200×-××-××发布

铝及铝合金化学分析方法

第4部分：铁含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys

Part 4：Determination of iron content

（送审稿）

GB/T 20975.4-201X

代替GB/T20975.4-2008

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.10

H 12

前 言

GB/T 20975 《铝及铝合金化学分析方法》分为37个部分：

——第1部分：汞含量的测定

——第2部分：砷含量的测定

——第3部分：铜含量的测定

——第4部分：铁含量的测定

——第5部分：硅含量的测定

——第6部分：镉含量的测定

——第7部分：锰含量的测定

——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

——第12部分：钛含量的测定

——第13部分：钒含量的测定

——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：锶含量的测定

——第18部分：铬含量的测定

——第19部分：锆含量的测定

——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

——第22部分：铍含量的测定

——第23部分：锑含量的测定

——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

——第26部分：碳含量的测定 红外吸收法

——第27部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第28部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第29部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法

——第30部分：氢含量的测定 加热提取热导法

——第31部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法

——第32部分：铋含量的测定

——第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第34部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第35部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法

——第36部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第37部分：铌含量的测定

本部分为GB/T 20975的第4部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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（SAC/TC 243）归口。

本部分是对GB/T 20975.4-2008《铝及铝合金化学分析方法 第4部分 铁含量测定》的修订。本部分与GB/T 20975.4-2008相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——修改了标准的名称；

——增加了标准使用安全警告；

——增加了“规范性引用文件”条款（见2）；

——增加了“定义与术语”条款（见3）；

一一增加了“重铬酸钾滴定法”条款（见5）；

——修改了“邻二氮杂菲分光光度法”的精密度（见4.7）；

——增加了“试验报告”条款（见7）。

当铁质量分数为0.001 %～3.5 %时采用邻二氮杂菲分光光度法作为仲裁方法。当铁质量分数为3.5 %～65 %时采用重铬酸钾滴定法作为仲裁方法。

本部分起草单位：东北轻合金有限责任公司、有色金属技术经济研究院、

本部分起草人：

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、GB/T 20975.4-2008。

铝及铝合金化学分析方法 第4部分 铁含量的测定

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 20975的本部分规定了采用邻二氮杂菲分光光度法和重铬酸钾滴定法测定铝及铝合金、铝中间合金中铁含量。

本部分的邻二氮杂菲分光光度法适用于铝及铝合金中铁含量的测定，测定范围：0.001%～3.5%。重铬酸钾滴定法适用于铝中间合金中铁含量的测定，测定范围：3.5％～65％。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8005.1

GB/T 8005.3

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语与定义

GB/T 17433、GB/T 8005.1、GB/T 8005.3界定的术语与定义适用于本部分。

4 邻二氮杂菲分光光度法

4.1 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形成稳定的橙红色络合物，于分光光度计波长510nm处测定其吸光度，以此测定铁的含量。

4.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 盐酸（5+1）。

4.2.2 盐酸（1+1）。

4.2.3 氢氧化钠溶液（200g／L，贮存于塑料瓶中）。

4.2.4 氯化镍（NiCl2·6H2O）溶液（1g／L）。

4.2.5 过氧化氢（ρ1.11g／mL）。

4.2.6 盐酸羟胺溶液（10g／L）。

4.2.7 邻二氮杂菲溶液（2.5g/L）：称取2.5g邻二氮杂菲（C12H8N2·H2O）或3g盐酸邻二氮杂菲（C12H8N2•HCl•H2O）溶解于温水中，冷却。以水稀释至1000mL，混匀。

4.2.8 缓冲溶液：称取272g乙酸钠（CH3COONa•3H2O）以500mL水溶解，过滤后，加入240mL冰乙酸（ρ1.05g/mL），以水稀释至1000ml，混匀。

4.2.9 混合溶液：将盐酸羟胺溶液（4.2.6），邻二氮杂菲溶液（4.2.7）和缓冲溶液（4.2.8）以（1：1：3）的体积比相混合，贮存于棕色瓶中。贮存期不超过四周。

4.2.10 铁标准贮存溶液（0.2mg/mL）。

4.2.10.1 称取1.4045g硫酸亚铁铵［（NH4）2Fe(SO4)2·6H2O］于100mL烧杯中，加入少量水和20mL盐酸（4.2.2），待溶解后，将溶液移入1000mL容量瓶中。以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.2mg铁。

4.2.10.2 称取0.2860g预先在600℃灼烧过的纯三氧化二铁，置于100mL烧杯中，加入30mL盐酸（4.2.2），加热至完全溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.2mg铁。

4.2.11 铁标准溶液：移取50.00mL铁标准贮存溶液（4.2.10）于1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液lmL含0.01mg铁（用时现配）。

4.3 仪器

分光光度计。

4.4 试样

将试样加工成不大于1mm碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

按表1称取相应质量（*m0*）的试样（4.4），精确至0.0001g。

4.5.2 平行实验

平行做两份试验。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 试料的溶解

4.5.4.1 酸溶法

易于被盐酸溶解的铝及铝合金可采用酸溶法。将试料（4.5.1）置于250mL烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为25mL的盐酸（4.2.2），待剧烈反应后，滴加7滴～8滴过氧化氢（4.2.5）［纯铝试样可滴加氯化镍溶液（4.2.4）］，缓慢加热至试料完全溶解，煮沸5min，冷却。

4.5.4.2 碱溶法

不易于被盐酸溶解或硅含量高的铝合金可采用碱溶法。将试料（4.5.1）置于100mL银皿(或银烧杯)中，小心地加入20mL氢氧化钠溶液（4.2.3），盖上银表皿，加热至试料完全溶解，煮沸2min～3min。以水洗皿壁及表皿，并将试液稀释至约25mL，加入20mL盐酸（4.2.1），微沸至溶液清亮，冷却。

注：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20min，小心补加因蒸发而损失的水量，煮沸2min～3min。

4.5.5 试液的稀释

4.5.5.1 铁质量分数0.001%～0.05%时，将主试液（4.5.4）移入100mL容量瓶中，如有不溶物，则用中速定量滤纸过滤（含银试样则用慢速定量滤纸过滤），并用热水洗涤沉淀。

4.5.5.2 铁质量分数>0.05%时，按表1，将主试液（4.5.4）移入相应的容量瓶中，如有不溶物，则用中速定量滤纸过滤（含银试样则用慢速定量滤纸过滤），并用热水洗涤沉淀，以水稀释至刻度，混匀，再移取相应的体积（*V1*）于100mL容量瓶中。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *wFe*/% | 试料质量（*m0*）/g | 主试液体积（*V0*）/mL | 移取试液体积（*V1*）/mL |
| 0.001～0.01 | 1.000 | 100 | —— |
| >0.01～0.05 | 0.500 | 100 | —— |
| >0.05～0.25 | 250 | 50 |
| >0.25～1.5 | 500 | 20 |
| >1.5～3.5 | 500 | 10 |

4.5.6 测量

4.5.6.1 于100mL容量瓶中，加入25mL混合溶液（4.2.9），以水稀释至刻度，混匀。放置30min。

注：若试样中铜（*wCu*：5%～11%）、锌（*wZn*：4%～l3%）、镍（*wNi*：2%～3%）时，或铜、锌、镍合量（*w合*： 5%～20%）时，加入25mL混合溶液（4.2.9）后，再加入20mL邻二氮杂菲溶液（4.2.7）（绘制工作曲线时，也相应再加入20mL邻二氮杂菲溶液），以水稀释至刻度，混匀。放置30min。

4.5.6.2 将部分试液（4.5.6.1）移入相应吸收池中，以空白试验（4.5.3）为参比。于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁质量（*m1*）。

4.5.7 工作曲线的绘制

4.5.7.1 系列标准曲线溶液的制备

4.5.7.1.1 铁质量分数0.001%~0.01%时，移取0、1.00mL、2.00 mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL铁标准溶液（4.2.11），分别置于一组100mL容量瓶中。

4.5.7.1. 2 铁质量分数>0.01%~3.5%时，移取 0、5.00ml、10.00mL、15.00mL、20.00mL、25.00mL、30.00mL、35.00mL铁标准溶液(4.2.11），分别置于一组100mL容量瓶中。

4.5.7.2 测量

4.5.7.2.1 将系列标准溶液（4.5.7.1）稀释至约50mL，加入25mL混合溶液（4.2.9），以水稀释至刻度,混匀。放置30min。

4.5.7.2.2 将部分系列标准溶液（4.5.7.2）移入吸收池中，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510nm处测量其吸光度。以铁质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.6 数据处理

4.6.1 按式（1）计算铁的质量分数

…………………………………………………………………(1)

式中：

*wFe*——铁质量分数，%；

*m1*——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）；

*V0*——主试液体积，单位为毫升（mL）；

*m*0——试料的质量，单位为克（g）。

4.6.2 计算结果表示至小数点后二位有效数字。数值修约执行GB/T 8170中3.2、3.3条款。取两次测试结果的平均值。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，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数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Fe / % | 0.009 | 0.056 | 0.858 | 3.44 |
| *r* / % | 0.00073 | 0.0039 | 0.020 | 0.053 |

4.7.2 再现性

在再现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，两个测试结果的绝对差值不大于再现性限R，超过再现性限R的情况不超过5%。再现性限R按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Fe / % | 0.009 | 0.056 | 0.858 | 3.44 |
| *R* / % | 0.0011 | 0.0053 | 0.034 | 0.087 |

5 重铬酸钾滴定法

5.1 方法提要

在酸性溶液中，以重铬酸钾标准溶液直接滴定二价铁离子，过量的重铬酸钾将二苯胺磺酸钠指示剂氧化为紫色，即为终点，借此测定铁含量。

5.2 试剂

5.2.1 氟化铵溶液（100g/L）。

5.2.2 硫酸-磷酸混合酸：300mL硫酸（1+3）中，缓慢加入10mL磷酸（ρ1.69g/mL），混匀。

5.2.3 二苯胺磺酸钠指示剂溶液（4g/L）。

5.2.4 重铬酸钾标准溶液（0.015mol/L）：称取4.4130g已于120℃±2℃电烘箱中干燥至恒量的工作基准试剂重铬酸钾（分子量294.186），置于300mL烧杯中，用水溶解，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.3 试样

将试样加工成不大于1mm的碎屑。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

称取质量（*m*）为0.50g试样（5.3），精确至0.0001g。

5.4.2 平行试验

平行做两份试验。

5.4.3 测定

将试料（5.4.1）置于400mL烧杯中，加15mL氟化铵溶液（5.2.1）、30mL硫酸-磷酸混合酸（5.2.2），加热至溶解完全，冷却。用滤纸（或脱脂棉）过滤于500mL锥形烧杯中，洗净，稀释至约150mL。加1滴二苯胺磺酸钠指示剂（5.2.3），用重铬酸钾标准溶液（5.2.4）滴定至溶液呈稳定的紫色，即为终点。记录消耗重铬酸钾标准溶液（5.2.4）的体积（*V*）。

5.5 数据处理

5.5.1 按式（2）计算铁的质量分数：

 …………………………………………………（2）

式中：

*wFe*——铁质量分数，%；

——重铬酸钾标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

——滴定消耗重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

55.84——铁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

——试样量，单位为克（g）。

5.5.2 计算结果表示至小数点后二位。数值修约执行GB/T 8170中3.2、3.3条款。取两次测试结果的平均值。

5.6 精密度

5.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，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4数据采用线性内插法或外延法求得：

表4 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Fe / % | 5.1 | 10.2 | 59.3 |
| *r* / % | 0.11 | 0.16 | 1.6 |

5.6.2 再现性

在再现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，两个测试结果的绝对差值不大于再现性限*R*，超过再现性限*R*的情况不超过5%。再现性限*R*按表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *wFe* / % | 5.1 | 10.2 | 59.3 |
| *R* / % | 0.27 | 0.31 | 2.0 |

6 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。

7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的以下内容：

a）本部分编号及名称；

b）关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；

c）以适当的形式表达试验结果；

d）试验过程中出现的异常现象；

e）在本方法标准中没有明确说明或是可选择的、且可能影响结果的任何操作；

f）试验、审核等相关责任人的签名。