



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.7—2008
代替 GB/T 6987.7—2001

铝及铝合金化学分析方法 第7部分：锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法

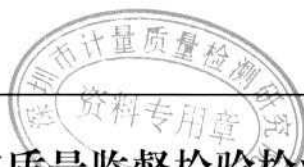
Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 7: Determination of manganese content—
Potassium periodate spectrophotometric method

(ISO 886:1973, Aluminium and aluminium alloys—
Determination of manganese—Photometric method
(Manganese content between 0.005 and 1.5%), MOD)

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
- 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:锑含量的测定 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 依来铬氰兰 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 7 部分。对应于 ISO 886:1973《铝及铝合金 锰量的测定 光度法(锰量 0.005%~1.5%)》,一致性程度为修改采用。附录 A 中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表;附录 B 中列出了本部分和对应的国际标准技术性差异。

本部分代替 GB/T 6987.7—2001《铝及铝合金化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量》。

本部分与 GB/T 6987.7—2001 相比主要变化如下:

- 增加了“8.1 重复性”;
- 增加了“9 质量保证与控制”条款。

本部分附录 A 和附录 B 是资料性附录。

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。

GB/T 20975.7—2008

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。

本部分主要起草人：刘双庆、周兵、孙景林、王涛、胡智敏、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 6987.7—1986、GB/T 6987.7—2001。

MACHY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

铝及铝合金化学分析方法

第7部分:锰含量的测定

高碘酸钾分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中锰含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中锰含量的测定。测定范围:0.004%~1.80%。

2 方法提要

试料以氢氧化钠溶解,用硫酸、硝酸酸化,在磷酸存在下,用高碘酸钾氧化显色。于分光光度计波长525 nm处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.7 氟硼混合酸:将800 mL在20℃下饱和的硼酸溶液与200 mL氢氟酸(3.4)置于塑料瓶中混匀。

3.8 高碘酸钾溶液(50 g/L):称取5 g高碘酸钾溶于水,加入20 mL硝酸(3.2),以水稀释至100 mL,混匀。

3.9 亚硝酸钠溶液(20 g/L)。

3.10 亚硫酸钠溶液(10 g/L):将1 g亚硫酸钠溶于100 mL硫酸(1+20)中,混匀。

3.11 无还原剂的水:于每升水中,加入10 mL硫酸(3.5)酸化并煮沸,加入少量高碘酸钾,继续煮沸约10 min,冷却后备用。

3.12 锰标准贮存溶液:称取1.000 g锰于烧杯中,加入20 mL硫酸(3.5)和约80 mL水,溶解后煮沸3 min,冷却。移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg锰。

3.13 锰标准溶液:移取50.00 mL锰标准贮存溶液(3.12)于1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.05 mg锰。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成厚度不大于1 mm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

锰的质量分数/%	试料/g	试液总体积	分取试液体积	补加酸体积/mL	
		mL		硝酸(3.2)	硫酸(3.5)
0.004~0.100	1.00	100	全部	0	3.0
>0.100~0.400	0.50	100	20.00	8.0	12.0
>0.400~1.000			10.00	9.0	14.0
>1.000~1.800		250		10.0	14.5

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

随同试料做空白试验,按如下步骤进行:于 250 mL 烧杯中,加入 8 mL 硝酸(3.2),12 mL 硫酸(3.5),蒸发至干(注意不要烧焦)。用少量温水溶解残渣,加入 2 mL 硝酸(3.2),18 mL 硫酸(3.5),40 mL 氢氧化钠溶液(3.6),混匀。加热至溶液清亮,冷却。加 5 mL 磷酸(3.3),用水稀释至约 70 mL,以下按 6.4.3 和 6.4.4 进行。

注:对于试样中硅的质量分数大于 10%和锰的质量分数小于 0.1%的铝合金试样,用下述操作代替 6.3 进行:于 250 mL 烧杯中,加入 8 mL 硝酸(3.2),12 mL 硫酸(3.5),蒸发至干(注意不要烧焦)。用少量温水溶解残渣。加入 2 mL 硝酸(3.2),8 mL 硫酸(3.5),用水(3.11)稀释至约 60 mL,加入 2 mL 氟硼混合酸(3.7),用水(3.11)稀释至约 65 mL,以下按 6.4.3 和 6.4.4 进行。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂(或镍)皿中,盖上铂(或镍)表皿,分次加入总量为 40 mL 氢氧化钠溶液(3.6),加热溶解后蒸发至糊状,稍冷。用尽量少的温水洗涤皿壁及皿盖,微热,使盐类溶解。将溶液小心移入预先盛有 30 mL 硫酸(3.5)和 10 mL 硝酸(3.2)的 250 mL 烧杯中。粘附在铂(或镍)皿壁上的氢氧化锰沉淀用少量微沸的亚硫酸钠溶液(3.10)溶解,将溶液合并于原试液中,用温水洗涤铂(或镍)皿,将试液加热至清亮。

6.4.2 按表 1 将试液移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀并按表 1 分取相应量试液于 250 mL 烧杯中,按表 1 补加相应量的酸,以水稀释至约 65 mL。

注:对于试样中硅的质量分数大于 10%和锰的质量分数小于 0.1%的铝合金试样,用下述操作代替 6.4.1 和 6.4.2 进行:将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 20 mL 硫酸(3.5),10 mL 硝酸(3.2),2 mL 氟硼混合酸(3.7),微热至试料完全溶解,加热至沸,除尽氮氧化物。用温水稀释至约 50 mL,加入少量滤纸浆,加热数分钟,用慢速滤纸过滤,用温水洗涤,收集滤液于 250 mL 烧杯中。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,于 500℃~600℃灰化完全(勿使滤纸燃着),冷却。加入数滴硫酸(3.1),2 mL~5 mL 氢氟酸(3.4),滴加硝酸(3.2)至溶液清亮。蒸发至干,于 700℃灼烧数分钟,冷却。用加有数滴硫酸(3.5)的少量温水溶解残渣,加热至完全溶解(必要时过滤)。将此溶液并入主试液中,浓缩至约 65 mL。以下按 6.4.3 进行。

6.4.3 加入 5 mL 磷酸(3.3),将溶液加热至沸,加入 10 mL 高碘酸钾溶液(3.8),继续煮沸至红色出现后,在不断补加水(3.11)保持体积不变的情况下,再煮沸 5 min(显色液中锰量小于或等于 0.2 mg,煮沸 15 min~30min),保温 15 min~20 min,冷却。将试液移入预先用水(3.11)冲洗过的 100 mL 容量瓶中,以水(3.11)稀释至刻度,混匀。

6.4.4 将部分试液(6.4.3)和随同试料所做的空白试验溶液(6.3),分别移入 3 cm 吸收池中,以水(3.11)为参比,于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。将容量瓶中剩余的试液加入 2 滴亚硝酸钠溶液(3.9)使高锰酸退色,重新测量其吸光度。

6.4.5 按式(1)计算试液中锰的吸光度:

$$A = (A_1 - A_2) - (A_3 - A_4) \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_1 ——显色试液的吸光度;

A_2 ——退色试液的吸光度;

A_3 ——显色空白试验溶液的吸光度;

A_4 ——退色空白试验溶液的吸光度。

从工作曲线上查出相应的锰量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0、0.80、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 锰标准溶液(3.13)于一组 250 mL 烧杯中,依次分别加入 15 mL 硫酸(3.5),10 mL 硝酸(3.2),5 mL 磷酸(3.3),以水(3.11)稀释至约 70 mL,加热至沸。加入 10 mL 高碘酸钾溶液(3.8),继续煮沸至红色出现后,在不断补加水(3.11)保持体积不变的情况下,继续煮沸 15 min~30 min,保温 15 min~20 min,冷却。将溶液移入预先用水(3.11)冲洗过的一组 100 mL 容量瓶中,以水(3.11)稀释至刻度,混匀。

6.5.2 将部分系列标准溶液(6.5.1)分别于 3cm 吸收池中,以水(3.11)为参比。于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。将容量瓶中剩余试液加入 2 滴亚硝酸钠溶液(3.9)使高锰酸退色,重新测量其吸光度。

6.5.3 按式(2)计算溶液中锰的吸光度:

$$A = (A_1 - A_2) - (A_3 - A_4) \quad \text{.....(2)}$$

式中:

A_1 ——显色标准溶液的吸光度;

A_2 ——退色标准溶液的吸光度;

A_3 ——显色试剂空白溶液(不加锰标准溶液者)的吸光度;

A_4 ——退色试剂空白溶液(不加锰标准溶液者)的吸光度。

以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(3)计算锰的质量分数 $w(\text{Mn})(\%)$:

$$w(\text{Mn}) = \frac{m_1}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \text{.....(3)}$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的锰量,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次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。

锰的质量分数/%:	0.008 5	0.060	0.353	1.00	1.82
重复性限 r /%:	0.000 90	0.002 1	0.012	0.018	0.056

8.2 允许差

实验室之间的分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

锰的质量分数/%	允许差/%
0.004 0~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.025	0.002 5
>0.025~0.05	0.005
>0.05~0.10	0.01
>0.10~0.25	0.02
>0.25~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.04
>1.00~1.80	0.06

9 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。

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

附 录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 886:1973 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 886:1973 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ISO 886:1973 章条编号对照

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1 的第一句
2	2
3.1	3.5
3.2	3.6
3.3	3.9
3.4	3.7
3.5	3.4
3.6	3.2
3.7	3.8
3.8	3.10
3.9	3.11
3.10	—
3.11	3.1
3.12	3.12
3.13	—
4	4.3
5	5.2
6.1	—
6.2	—
6.3	7.3
6.4.1	6.4.1 的第一、二段
6.4.2	—
6.4.3	6.4.2 的第一、二段
6.4.4、6.4.5	6.4.3
6.5	6.2.2~6.2.5
7	7
8	—
9	—

附录 B
(资料性附录)

本部分与 ISO 886:1973 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本部分与 ISO 886:1973 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本部分与 ISO 886:1973 技术性差异及其原因

本部分的章 条编号	技术性差异	原因
1	<p>本部分将 ISO 886:1973 的测定范围由 0.005%~1.50% 扩至 0.004%~1.80%。</p> <p>删除 a) 硅含量高于 10% 和锰含量小于 0.1% 的合金(见附录)及附录中内容。</p> <p>删除 b) 含锡、锑、铋和锆等铝合金这些特殊情况在本国际标准中未作处理</p>	<p>根据我国产品标准中锰含量的范围,通过实验扩展测定范围。</p> <p>将 ISO 中的内容修改编辑到正文中,以适合国标编写规范。</p> <p>干扰试验证明:这些元素对锰的测定无干扰</p>
3	<p>删除亚硫酸溶液,改用亚硫酸钠溶液。</p> <p>删除锰标准溶液(1 mL 含 0.1 mg),改用锰标准溶液(1 mL 含 0.05 mg)</p>	<p>亚硫酸钠溶液较亚硫酸易于配制,并且所起的作用是相同的。</p> <p>便于绘制锰含量低的工作曲线时,锰标准溶液的分取</p>
6.1	<p>将 ISO 中称样量及 ISO 中 6.4.1 中表的内容修改为本部分表 1,并删除 ISO 中 6.4.1 中的表</p>	<p>以便符合国家标准编写规范</p>
6.3	<p>将 ISO 附录中相关内容移到本条款中</p>	<p>以便符合国家标准编写规范</p>
6.4.2	<p>将 ISO 附录中关于“硅的质量分数大于 10% 和锰量小于 0.1% 的试样处理”的内容移入本条款中</p>	<p>以便符合国家标准编写规范</p>
6.5	<p>将 ISO 中 6.2.1 条款“0 溶液”内容编辑合并移入本条款中</p>	<p>以便符合国家标准编写规范</p>
8	<p>删除 ISO 中第 8 条款内容,改为“精密度”</p>	<p>以便符合国家标准编写规范</p>
9	<p>增加“质量保证与控制”条款</p>	<p>以便符合国家标准编写规范</p>

MACY 美析仪器
 MACY INSTRUMENT
 专业光度计系列生产厂家
 HTTP://www.macylab.com TEL: 68523946

中华人民共和国
 国家标准
 铝及铝合金化学分析方法
 第7部分：锰含量的测定
 高碘酸钾分光光度法
 GB/T 20975.7—2008

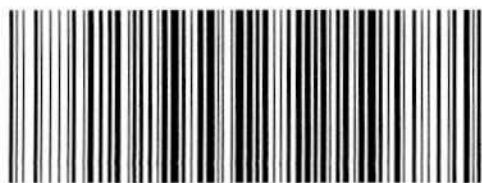
*
 中国标准出版社出版发行
 北京复兴门外三里河北街16号
 邮政编码：100045

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 14 千字
 2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*
 书号：155066·1-31693 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 20975.7-2008