

铜及铜合金化学分析方法 铝量的测定

Copper and copper alloys Determination of aluminium content

代替 GB 5122.6—88
GB 5122.13—85
GB 6320.2—86
GB 8002.13—87
GB 8530.6—87

第一篇 方法1 铬天青S分光光度法测定铝量

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中铝含量的测量方法。

本标准适用于铜及铜合金中铝含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.50%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料用硝酸溶解，有偏锡酸沉淀时过滤，电解除铜。用氢溴酸处理回收偏锡酸吸附的微量铝。磷量大时，用乙酸乙酯萃取铝-苯甲酰苯基羟胺络合物与磷分离，然后将铝反萃取于水相同主液合并。大量铅的干扰在电解除铜前电解除铅。硅高时以氢氟酸挥发除去。用高氯酸冒烟滴加盐酸除铬来消除其影响。铍的干扰以乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)为掩蔽剂氢氧化铍沉淀分离除去，用苦杏仁酸掩蔽钛。锌、镍的影响在空白试验中加入等量的锌和镍来抵消，用抗坏血酸和硫脲消除铁及残余铜的影响。铜合金中存在的其他元素无干扰。在pH6左右，用铬天青S显色，于分光光度计波长545 nm处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 纯锌(铝含量应小于0.001%)。
- 4.2 乙酸乙酯。
- 4.3 萃取剂：2单位体积4-甲基戊酮-2与1单位体积甲苯混合。
- 4.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)，优级纯。
- 4.5 氢溴酸(ρ 1.49 g/mL)，优级纯。
- 4.6 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)，优级纯。
- 4.7 盐酸(ρ 1.18 g/mL)，优级纯。
- 4.8 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。
- 4.9 硝酸(1+1)，优级纯。

- 4.10 硝酸(2+98)。
- 4.11 硝酸(1+99)。
- 4.12 盐酸(1+1),优级纯。
- 4.13 盐酸(1+39)。
- 4.14 盐酸[$c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$]。
- 4.15 盐酸[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]。
- 4.16 氨水(1+1),优级纯。
- 4.17 氨水(1+2),优级纯。
- 4.18 氨水(1+9),优级纯。
- 4.19 硫酸(1+1),优级纯。
- 4.20 镍溶液:称取 1.000 g 纯镍(铝含量应小于 0.005%),加入 15 mL 硝酸(4.9),加热溶解,煮沸除去氮氧化物,冷却。移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 镍。
- 4.21 硫酸铍溶液:称取 9.83 g 硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)(铝含量应小于 0.000 1%),用水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铍。
- 4.22 铜溶液:称取 0.100 g 纯铜,加入 5 mL 硝酸(4.9),加热溶解,煮沸除去氮氧化物,冷却。移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 铜。
- 4.23 抗坏血酸溶液(10 g/L),用时配制。
- 4.24 硫脲溶液(50 g/L)。
- 4.25 无水乙酸钠溶液(80 g/L)。
- 4.26 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 0.50 g 1,10-二氮杂菲($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$),加水加热溶解后,冷却。用水稀释至 200 mL,混匀。
- 4.27 苯甲酰苯基羟胺乙醇溶液(10 g/L):贮存于棕色瓶中。
- 4.28 苦杏仁酸溶液(10 g/L)。
- 4.29 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.02 \text{ mol/L}$]:称取 7.445 g 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加 200 mL 热水溶解后,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 4.30 铬天青 S 溶液(0.6 g/L)。
- 4.31 对硝基酚溶液(2 g/L)。
- 4.32 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铝置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 水,1 g 氢氧化钠,低温加热溶解,冷却。用盐酸(4.12)缓慢中和至出现沉淀,再加入 20 mL 盐酸(4.12),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铝。
- 4.33 铝标准溶液:移取 5.00 mL 铝标准贮存溶液(4.32)置于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.12),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铝。
- 4.34 铝标准溶液:移取 15.00 mL 铝标准贮存溶液(4.32)置于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.12),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 3 μg 铝。

5 仪器

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 电解器:附有搅拌器、精密电流表和电压表。
- 5.3 电极:网状铂阴极、螺旋状铂阳极。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试样,精确至0.0001g。

表1

铝含量, %	试料量, g	硝酸(4.9)量, mL	试液总体积, mL	分取试液体积, mL
0.0010~0.0050	2.000	15	200	10.00
>0.0050~0.015	1.600	15	200	10.00
>0.015~0.040	0.600	7	200	10.00
>0.040~0.10	0.500	7	200	5.00
>0.10~0.25	0.200	5	200	5.00
>0.25~0.50	0.100	5	200	5.00

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

6.2.1 随同试料做空白试验。

6.2.2 分析黄铜和锡青铜时,称取与试料中相近量的纯锌(4.1),随同试料做空白试验。

6.2.3 分析硅青铜时,移取镍溶液使其镍量与试料中镍量相近,随同试料做空白试验。

6.2.4 分析铍青铜时,移取硫酸铍溶液使其铍量与试料中铍量相近,随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 试料溶解

6.3.1.1 镍黄铜、铅黄铜、铁黄铜、锰黄铜、锡青铜和锰白铜试料。

6.3.1.1.1 将试料(6.1)置于250 mL电解烧杯中,按表1加入硝酸(4.9),加热溶解,煮沸除尽氮的氧化物,冷却。此时如发现偏锡酸沉淀,将溶液蒸发至1~2 mL,稍冷,补加5 mL硝酸(4.9),加热水25 mL,在85~95℃陈化20 min,趁热用预先以硝酸(4.11)洗涤过的定量滤纸过滤,用热硝酸(4.11)洗涤沉淀及烧杯3~4次,并将滤洗液合并。

6.3.1.1.2 用水稀释至80 mL左右,加入1滴盐酸(4.15),在2A电流下电解除铜。

6.3.1.1.3 待溶液褪色后,再电解10 min,用水冲洗杯壁,再电解5 min,如新浸没的电极上不再析出铜,即电解完毕。在不切断电流下迅速移出电极,并用少量水冲洗。

6.3.1.1.4 除铜后的溶液冷却后,按表1移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.1.1.5 按表1移取试液于150 mL石英烧杯中,蒸发至恰干,冷却。以下按6.3.2~6.3.4进行。

6.3.1.2 锡青铜试料

6.3.1.2.1 将试料(6.1)置于150 mL石英烧杯中,按表1加入硝酸(4.9),加热溶解,煮沸除尽氮的氧化物,加热水至50 mL,在85~95℃陈化1 h。趁热用预先以硝酸(4.11)洗涤过的慢速定量滤纸过滤于150 mL石英烧杯中,用热硝酸(4.11)洗涤烧杯及沉淀3~4次。将滤洗液合并(保留沉淀及滤纸),用水稀释至80 mL左右,加1滴盐酸(4.15),在2A电流中电解除铜。若铅量大于1%时,先以网状铂电极为阳极,螺旋状铂电极为阴极,在1A电流下电解30 min,除去大部分铅。在不切断电流下迅速移出电极,并用少量水冲洗,然后加1滴盐酸(4.15),用洁净的铂电极在2A电流下电解除铜。以下按6.3.1.1.3条进行。

6.3.1.2.2 将保留的沉淀及滤纸放入原石英烧杯中,加入5 mL硝酸(4.8),7 mL高氯酸,加热至高氯酸冒烟使有机物完全分解,稍冷。用少量水冲洗杯壁,加入5 mL氢溴酸,蒸发至冒白烟,稍冷。再加入3 mL氢溴酸,蒸发至冒白烟。若溶液仍有混浊,再加3 mL氢溴酸重复处理直至溶液完全清亮为止。蒸发至高氯酸由冒大量白烟变为少量白烟,冷却。

6.3.1.2.3 若磷量小或等于0.03%时,加入5 mL硝酸(4.9),加热煮沸溶解盐类,冷却。按表1与电解液(6.3.1.2.1)移入同一个容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.1.2.4 若磷量不小于0.03%时,向烧杯(6.3.1.2.2)中加入5 mL盐酸(4.12),煮沸溶解盐类,冷却。移入60 mL分液漏斗中,用10 mL盐酸(4.12)分次洗涤烧杯,洗液并入分液漏斗中,加入10 mL萃取剂,振荡30 s,静置分相后,水相移入150 mL石英烧杯中,于有机相中再加入5 mL盐酸(4.12),振荡10 s,静置分相后,移出水相与上次水相合并。蒸发至1~2 mL,冷却。

6.3.1.2.5 加入25 mL水,5 mL 1,10-二氮杂菲溶液,2 mL苯甲酰苯基羟胺乙醇溶液,以上每加一种试剂均须混匀。加入1滴对硝基酚溶液,用氨水(4.17)中和至黄色并过量2滴。移入60 mL分液漏斗中,用水洗涤烧杯,洗液并入主液中,控制体积在40 mL左右,放置10 min。加入20 mL乙酸乙酯,振荡1 min,静置分相后,弃去水相。于有机相中加入10 mL水振荡10 s,静置分相后,弃去水相。于有机相中再加入5 mL水,振荡10 s,静置分相后,弃去水相。于有机相中加入10 mL盐酸(4.14),振荡1 min,静置分相后,水相移入150 mL石英烧杯中。于有机相中再加入5 mL盐酸(4.14),振荡1 min,静置分相后,移出水相与上次水相合并,蒸发至3~5 mL,冷却。按表1与电解液(6.3.1.2.1)移入同一个容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.1.2.6 按表1移取试液(6.3.1.2.3或6.3.1.2.5)于150 mL石英烧杯中,加入1 mL铜溶液,蒸发至2~3 mL,在不断摇动下继续蒸发至恰干,冷却。以下按6.3.2~6.3.4条进行。

6.3.1.3 铍青铜试料

6.3.1.3.1 将试料(6.1)置于250 mL电解烧杯中,按表1加入硝酸(4.9),加热溶解,煮沸除尽氮的氧化物,冷却。以下按6.3.1.1.2~6.3.1.1.3条进行。

6.3.1.3.2 将除铜后的溶液蒸发至70 mL左右,冷却。加入15 mL Na_2EDTA 溶液,用氨水(4.16)在不断搅拌下缓慢中和至出现沉淀并过量10 mL。加热至沸,冷却至室温,按表1移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置10~15 min。

6.3.1.3.3 用定量滤纸干过滤,弃去初滤液,按表1移取后来的滤液于150 mL石英烧杯中,加入1 mL硫酸,置电热板上蒸发至近干,再置高温电炉上蒸发至白烟冒尽,冷却。以下按6.3.2~6.3.4条进行。

6.3.1.4 铬青铜试料

6.3.1.4.1 将试料(6.1)置于150 mL石英烧杯中,按表1加入硝酸(4.9),加热溶解后,加入5 mL高氯酸,蒸发至冒高氯酸白烟,置于高温电炉上蒸发至冒浓厚高氯酸白烟,在不断摇动下立即滴加1 mL盐酸(4.7),然后再蒸发至冒浓厚高氯酸白烟,如上滴加盐酸(4.7)。如此反复3~4次。置电热板上蒸发至近干,冷却。

6.3.1.4.2 加入5 mL硝酸(4.9)、20 mL水,加热煮沸溶解盐类,并除尽氮的氧化物,冷却。以下按照6.3.1.1.2~6.3.1.1.5条进行。

6.3.1.5 硅青铜、硅黄铜试料

6.3.1.5.1 将试料(6.1)置于100 mL铂皿中,按表1加入硝酸(4.9),加热溶解后,加入10 mL硫酸、1.5 mL氢氟酸,蒸发至冒浓厚硫酸白烟,冷却。加入30~40 mL水,3 mL硝酸(4.9),加热溶解盐类,冷却。移入250 mL电解烧杯中,用水稀释至80 mL左右,在2A电流下电解除铜。以下按6.3.1.1.3~6.3.1.1.4条进行。

6.3.1.5.2 按表1移取试液于150 mL石英烧杯中,置电热板上蒸发至近干,再置高温电炉上蒸发至白烟冒尽,冷却。以下按6.3.2~6.3.4条进行。

6.3.2 溶解盐类

于烧杯(6.3.1.1.5或6.3.1.2.6或6.3.1.3.3或6.3.1.4.2或6.3.1.5.2)中加入5 mL硝酸(4.10),加热煮沸溶解盐类,冷却。若试料中含有钛,加入2 mL苦杏仁酸溶液。

6.3.3 显色

加入1滴对硝基酚溶液,用氨水(4.18)中和至黄色,再用盐酸(4.13)反中和至黄色恰消失并过量

2.00 mL。加入 1.0 mL 抗坏血酸溶液、5.0 mL 硫脲溶液,每加一种试剂均须混匀。移入 50 mL 容量瓶中,加入 3.00 mL 铬天青 S 溶液,混匀。加入 5.0 mL 无水乙酸钠溶液,混匀。用水稀释至刻度,混匀。放置 5 min(室温低于 15 C 时放置 15 min)。

6.3.4 测量

移取部分试液于 1 cm(试料为 2 g 时用 3 cm)吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铝量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 铝标准溶液(4.33 或 4.34)分别置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(4.10)。若试料中含有钛,加入 2 mL 苦杏仁酸溶液。以下按 6.3.3 进行。

6.4.2 移取部分试液于 3 cm 或 1 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。以铝量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铝的百分含量:

$$Al(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铝量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至两位小数。若铝含量小于 0.10% 时,表示至 3 位小数,小于 0.010% 时,表示至 4 位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 %

铝 含 量	允 许 差
0.001 0~0.003 0	0.000 5
>0.003 0~0.006 0	0.001 5
>0.006 0~0.015	0.003 0
>0.015~0.030	0.005
>0.030~0.050	0.015
>0.050~0.10	0.020
>0.10~0.25	0.03
>0.25~0.50	0.05

第二篇 方法2 苯甲酸分离-乙二胺四乙酸二钠 络合滴定法测定铝量

9 范围

本标准规定了铜及铜合金中铝含量的测定方法。

本标准适用于铜及铜合金中铝含量的测定。测定范围： $>0.50\% \sim 12.00\%$ 。

10 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

11 方法提要

试料用硝酸溶解，用氨水和盐酸调节溶液 pH 值，在缓冲溶液及盐酸羟胺存在下，使铝与苯甲酸铵生成沉淀，过滤。沉淀用盐酸溶解，加入过量的乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)，以对硝基酚为指示剂，用氨水和盐酸调节酸度，煮沸，冷却。加入六次甲基四胺，以二甲酚橙为指示剂，用锌标准溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)。加入氟化钠，煮沸，冷却。再用锌标准溶液滴定被释放出来的乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)。

12 试剂

12.1 氟化钠。

12.2 硝酸(1+1)。

12.3 盐酸(1+1)。

12.4 盐酸(1+2)。

12.5 盐酸[$c(HCl) = 1 \text{ mol/L}$]。

12.6 氨水($\rho = 0.90 \text{ g/mL}$)。

12.7 缓冲溶液：将 120 g 无水乙酸钠溶解于水中，加入 130 mL 盐酸(12.3)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。此溶液约为 pH4.4。

12.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

12.9 苯甲酸铵溶液(80 g/L)。

12.10 苯甲酸铵洗液：将 400 mL 水、50 mL 苯甲酸铵溶液(12.9)与 50 mL 盐酸羟胺溶液(12.8)混匀。

12.11 六次甲基四胺溶液(300 g/L)。

12.12 乙酸(1+1)：用 36% 乙酸配制。

12.13 对硝基酚溶液(2 g/L)。

12.14 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

12.15 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)标准溶液[$c(C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O) = 0.025 \text{ mol/L}$]。将 9.3 g 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)溶于约 200 mL 热水中，冷却移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

12.16 铝标准溶液：称取 1.000 g 纯铝置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(300 g/L)，缓慢加热溶解完全，冷却。用盐酸(12.3)调至沉淀消失，溶液清澈，此时溶液呈酸性，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

12.17 锌标准滴定溶液 [$c(\text{Zn})=0.020\ 00\ \text{mol/L}$]。

12.17.1 配制

称取 1.308 g 纯锌置于 300 mL 烧杯中,以尽量少的盐酸(12.3)溶解后,调至 pH2~3,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

12.17.2 标定

移取 10.00 mL 铝标准溶液(12.16)于 300 mL 烧杯中,以下按 13.2.4~13.2.7 条进行。

按式(2)计算锌标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{0.010\ 0}{V_1 \times 0.026\ 98} \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——标定时所消耗锌标准滴定溶液的体积, mL;

0.026 98——与 1.00 mL 锌标准滴定溶液 [$c(\text{Zn})=1.000\ \text{mol/L}$] 相当的铝的质量, g/mol。

取 3 份进行标定,其所消耗的锌标准滴定溶液的极差不超过 0.10 mL,取其平均值。否则,重新标定。

13 分析步骤

13.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

铝含量, %	试料, g
>0.50~4.00	0.500
>4.00~6.00	0.300
>6.00~8.00	0.200
>8.00~12.00	0.100

独立地进行两次测定,取其平均值。

13.2 测定

13.2.1 将试料(13.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸,加热溶解完全,煮沸除去氮氧化物。

如发现有偏锡酸沉淀,将溶液蒸发至 3 mL 左右,加入少量水,煮沸,冷却。

13.2.2 加水至体积约为 80 mL,滴加氨水至产生少量沉淀(要边滴加边用玻璃棒搅拌,操作时要尽量不使沉淀附在烧杯内壁上),立即滴加盐酸(12.4)使沉淀刚好溶解。加入 70 mL 缓冲溶液,和 5 mL 盐酸羟胺溶液,加热煮沸,加入 25 mL 苯甲酸铵溶液,充分搅拌后,于电热板低温处放置 20 min,使沉淀陈化。

13.2.3 用快速定量滤纸过滤,以热苯甲酸铵洗液洗涤烧杯二次、洗涤沉淀二次。用玻璃棒将大部分沉淀移入原烧杯中,再分 3 次滴加 10 mL 热盐酸(12.4)以溶解剩余沉淀,在每次加完热盐酸后,用热水洗涤沉淀及滤纸 1~2 次,最后用热水洗涤滤纸 4 次。加热煮沸使沉淀完全溶解,冷却。

13.2.4 按表 4 加入乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)标准溶液。

表 4

铝 含 量, %	乙二胺四乙酸二钠 (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O ₈ Na ₂ · 2H ₂ O) 标准溶液体积, mL	过量盐酸体积(12.5), mL
>0.50~1.00	25	2.5
>1.00~3.00	35	2.5
>3.00~3.50	35	3.5
>3.50~6.00	40	3.5
>6.00~8.00	35	2.5
>8.00~12.00	30	2.5

13.2.5 加入 2 滴对硝基酚溶液,用氨水中和至溶液呈黄色,然后滴加盐酸(12.5)至溶液变无色,再根据铝含量按表 2 加入一定过量的盐酸(12.5)。加水至溶液体积约 100 mL,加热煮沸约 1.5 min,冷却。

13.2.6 加入 5 mL 六次甲基四胺溶液,4 滴二甲酚橙液,用锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色(不计体积)。

13.2.7 向溶液中加入 1 g 氟化钠,煮沸 1 min,冷却。滴加乙酸溶液呈黄色,用锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色为终点。

14 分析结果的表述

按式(2)计算铝的百分含量:

$$Al(\%) = \frac{c \cdot V_2 \times 0.02698}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: c——锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V₂——滴定时所消耗锌标准滴定溶液的体积, mL;

m₀——试料的质量, g;

0.02698——与 1.00 mL 锌标准滴定溶液 [c(Zn)=1.000 mol/L] 相当的铝的质量, g/mol。

所得结果表示至两位小数。

15 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差:

表 5 %

铝 含 量	允 许 差
>0.50~2.00	0.07
>2.00~4.00	0.10
>4.00~8.00	0.15
>8.00~12.00	0.20