



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.15—2020
代替 GB/T 20975.15—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 15 部分：硼含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 15: Determination of boron content

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 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：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；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铋含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 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：铈含量的测定。

GB/T 20975.15—2020

本部分为 GB/T 20975 的第 15 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.15—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 15 部分：硼含量的测定》。与 GB/T 20975.15—2008 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了标准使用安全警示；
- 增加了“规范性引用文件”(见第 2 章)；
- 增加了“术语和定义”(见第 3 章)；
- 修改了“离子选择电极法”为“氢氟酸溶样-离子选择电极法”(见第 4 章，2008 年版的方法一—离子选择电极法)；
- 删除“胭脂红分光光度法”(见 2008 年版的方法二—胭脂红分光光度法)；
- 修改了氢氟酸溶样-离子选择电极法的精密度(见 4.7，2008 年版的第 8 章)；
- 增加了“混合酸溶样-离子选择电极法”(见第 5 章)；
- 增加了“试验报告”(见第 6 章)。

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。

本部分起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、有色金属技术经济研究院、东北轻合金有限责任公司、中铝矿业有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、贵州省分析测试研究院、中铝山西新材料有限公司、河南豫辉金属制品有限公司。

本部分主要起草人：石磊、沈乐、席欢、刘静、李家华、彭展、周兵、赵卫涛、魏大方、赵亚斐、李果果、郝跃鹏、陈辉辉、仓向辉、韩再旭、王雪、李伟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.27—2001；
- GB/T 20975.15—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第 15 部分：硼含量的测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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 的本部分规定了氢氟酸溶样-离子选择电极法和混合酸溶样-离子选择电极法测定铝及铝合金中硼含量。

本部分适用于铝及铝合金中硼含量的仲裁测定。氢氟酸溶样-离子选择电极法测定范围:0.001 0%~5.00%;混合酸溶样-离子选择电极法测定范围:>5.00%~11.50%。

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 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

4 氢氟酸溶样-离子选择电极法

4.1 方法提要

试料用氢氟酸和过氧化氢溶解,硼转化为氟硼酸根离子,用氢氧化钠溶液调节试液 pH 为 5~6,用氟硼酸根离子选择电极测定氟硼酸根离子的电位值,以此测定硼含量。铜质量分数与铁质量分数之和大于 10%时干扰测定,用乙二胺四乙酸二钠络合消除。

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实验室二级水。

4.2.1 纯铝($w_{Al} \geq 99.99\%$, $w_B \leq 0.000 5\%$)。

4.2.2 氢氟酸($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$)。

4.2.3 过氧化氢($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

4.2.4 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(100 g/L)。

4.2.5 氢氧化钠溶液(200 g/L),贮于聚乙烯瓶中。

4.2.6 硼标准溶液 A:称取 0.572 0 g 已于真空干燥器中干燥过的硼酸(优级纯)于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,微热使其完全溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮于聚乙烯

瓶中。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 硼。

4.2.7 硼标准溶液 B: 移取 50.00 mL 硼标准溶液 A(4.2.6) 于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮于聚乙烯瓶中(用时现配)。此溶液 1 mL 含 0.02 mg 硼。

4.2.8 硼标准溶液 C: 移取 25.00 mL 硼标准溶液 B(4.2.7) 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮于聚乙烯瓶中(用时现配)。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 硼。

4.3 仪器

4.3.1 氟硼酸根离子选择电极: 使用前应先将电极按使用说明书进行处理, 使其活化具有一定的灵敏度。

4.3.2 双液接饱和甘汞电极: 外套管充注含 3 mol/L 氯化钾的 30 g/L 琼脂溶液。

4.3.3 数字式离子计, 精度为 0.1 mV。

4.3.4 电磁搅拌器。

4.3.5 半对数坐标纸。

4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

按表 1 称取质量(m_0)的试样(4.4), 精确至 0.000 1 g。

表 1

硼的质量分数 w_B %	试料质量 m_0 g	加入氢氟酸(4.2.2)的体积 mL
0.001~0.010	0.50	5.0
>0.010~0.10	0.20	4.0
>0.10~5.00	0.10	3.0

4.5.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

4.5.3 测定

4.5.3.1 将试料(4.5.1)置于 100 mL 聚乙烯烧杯中, 加入 20 mL 水, 按表 1 用聚乙烯刻度管加入氢氟酸(4.2.2)。

4.5.3.2 在沸水浴中加热溶解, 滴加过氧化氢(4.2.3)至试料完全溶解, 继续加热 2 min。取下冷却, 加入 5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(4.2.4), 摇匀。用氢氧化钠溶液(4.2.5)调节溶液 pH 5~pH 6(用精密 pH 试纸检查), 冷至室温。移入 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.5.3.3 将试液全部倒入原聚乙烯烧杯中, 置于电磁搅拌器上, 插入氟硼酸根离子选择电极和双液接饱和甘汞电极, 恒速搅拌, 用数字式离子计(4.3.3)测量平衡电位, 平衡电位系指电极电位的变化每分钟不大于 0.2 mV。测量过程中, 应保持温度一致。从工作曲线上查得硼量(m_1)。试液的制备和测量应与工作曲线的绘制同步进行。

4.5.4 工作曲线的绘制

4.5.4.1 根据试料中硼的质量分数,系列标准溶液的制备分为以下3种:

- a) 硼质量分数为 0.001%~0.010%时:移取 1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 硼标准溶液 C(4.2.8)于 6 个预先称有 0.50 g 纯铝(4.2.1)的 100 mL 聚乙烯烧杯中,加入 20 mL 水,加入 5.0 mL 氢氟酸(4.2.2),以下按 4.5.3.2 与试料同步进行。
- b) 硼质量分数为 >0.010%~0.10%时:移取 1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 硼标准溶液 B(4.2.7)于 6 个预先称有 0.20 g 纯铝(4.2.1)的 100 mL 聚乙烯烧杯中,加入 20 mL 水,加入 4.0 mL 氢氟酸(4.2.2),以下按 4.5.3.2 与试料同步进行。
- c) 硼质量分数为 >0.10%~5.00%时:移取 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 硼标准溶液 A(4.2.6)于 7 个预先称有 0.10 g 纯铝(4.2.1)的 100 mL 聚乙烯烧杯中,加入 20 mL 水,加入 3.0 mL 氢氟酸(4.2.2),以下按 4.5.3.2 与试料同步进行。

4.5.4.2 将系列标准溶液全部倒入原聚乙烯烧杯中,按氟硼酸根离子浓度增高的顺序,置于电磁搅拌器上,插入氟硼酸根离子选择电极和双液接饱和甘汞电极,恒速搅拌,用数字式离子计(4.3.3)测量平衡电位。以硼量为横坐标,电位值为纵坐标,在半对数坐标纸(4.3.5)上绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

硼含量以硼质量分数 w_B 计,按式(1)计算:

$$w_B = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得试液的硼量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

硼质量分数 $\geq 1.00\%$ 时,计算结果表示到小数点后两位;硼质量分数 $< 1.00\%$ 时,计算结果保留两位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.7 精密度

4.7.1 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 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_B/\%$	0.004 9	0.018	0.17	1.15	3.15
$r/\%$	0.000 3	0.002	0.02	0.03	0.06

4.7.2 再现性

在再现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者外延法求得。

表 3

$w_B/\%$	0.004 9	0.018	0.17	1.15	3.15
$R/\%$	0.000 4	0.003	0.03	0.05	0.10

5 混合酸溶样-离子选择电极法

5.1 方法提要

试料用盐酸、硝酸和硫酸-磷酸混合酸溶解,用氢氟酸氟化使试料中硼转化为氟硼酸根离子,用氢氧化钠溶液调节试液 pH 5~pH 6,用氟硼酸根离子选择电极测定氟硼酸根离子的电位值,以此测定硼含量。

5.2 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实验室三级水。

5.2.1 氯化钾,优级纯。

5.2.2 琼脂。

5.2.3 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

5.2.4 磷酸($\rho=1.69$ g/mL)。

5.2.5 硝酸(1+1)。

5.2.6 盐酸(1+1)。

5.2.7 硫酸(1+1)。

5.2.8 氢氧化钠溶液(200 g/L),贮于聚乙烯瓶中。

5.2.9 硫酸-磷酸混合溶液:于 100 mL 容量瓶中,加入 25 mL 磷酸(5.2.4)及 25 mL 硫酸(5.2.7),加水至约 90 mL,混匀,冷却,用水稀释至刻度,混匀。

5.2.10 硼标准贮存溶液:称取 2.859 7 g 已于真空干燥器中干燥过的硼酸(优级纯)于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,微热使其完全溶解,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 硼。

5.2.11 硼标准溶液 D:移取 20.00 mL 硼标准贮存溶液(5.2.10)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 硼。

5.2.12 硼标准溶液 E:移取 15.00 mL 硼标准贮存溶液(5.2.10)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.15 mg 硼。

5.2.13 硼标准溶液 F:移取 10.00 mL 硼标准贮存溶液(5.2.10)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 硼。

5.3 仪器

5.3.1 氟硼酸根离子选择电极:使用前应先将电极按使用说明书进行处理,使其活化具有一定的灵敏度。

5.3.2 双液接饱和甘汞电极:外套管充注含 3 mol/L 氯化钾的 30 g/L 琼脂溶液。

5.3.3 数字式离子计,精度为 0.1 mV。

5.3.4 电磁搅拌器。

5.3.5 半对数坐标纸。

5.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

称取质量(m_2)为 0.20 g 的试样(5.4),精确至 0.000 1 g。

5.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.5.3 测定

5.5.3.1 将试料(5.5.1)置于 250 mL 石英烧杯中,加入 10 mL 硝酸(5.2.5)和 10 mL 盐酸(5.2.6),待剧烈反应停止后,加入 25 mL 硫酸(5.2.7)和 25 mL 磷酸(5.2.4),缓慢加热蒸发至刚冒轻微硫酸烟,冷却,加入约 20 mL 水,摇匀,继续冷却,移入 100 mL 容量瓶(V_1)中,加水至约 90 mL,摇匀,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.3.2 移取 10.00 mL 试液(V_2)于 100 mL 聚乙烯烧杯中,加水至 20 mL,用聚乙烯刻度管加入 1.0 mL 氢氟酸(5.2.3),摇匀,置于沸水浴中氟化 5 min,取下冷却,加入 15 mL 氢氧化钠溶液(5.2.8),加水至约 80 mL,在电磁搅拌下用氢氧化钠溶液(5.2.8)中和至溶液 pH 5~pH 6(用精密 pH 试纸检查),冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.3.3 将试液全部倒入 100 mL 干聚乙烯烧杯中,置于电磁搅拌器上,插入氟硼酸根离子选择电极和双液接饱和甘汞电极,恒速搅拌,用数字式离子计(5.3.3)测量平衡电位,平衡电位系指电极电位的变化每分钟不大于 0.2 mV。测量过程中,应保持温度一致。从工作曲线上查得硼量(m_3)。试液的制备和测量应与工作曲线的绘制同步进行。

5.5.4 工作曲线的绘制

5.5.4.1 移取 10.00 mL 硫酸-磷酸混合溶液(5.2.9)于 4 个 100 mL 聚乙烯烧杯中,分别加入 5.00 mL、10.00 mL 硼标准溶液 F(5.2.13)和 10.00 mL 硼标准溶液 E(5.2.12)及 10.00 mL 硼标准溶液 D(5.2.11),加水至 20 mL,用聚乙烯刻度管加入 1 mL 氢氟酸(5.2.3),以下按 5.5.3.2 进行。

5.5.4.2 立即将系列标准溶液全部倒入 100 mL 干聚乙烯烧杯中,按氟硼酸根离子浓度增高的顺序,置于电磁搅拌器上,插入氟硼酸根离子电极和双液接饱和甘汞电极,恒速搅拌,用数字式离子计(5.3.3)测量平衡电位,以硼量为横坐标,电位值为纵坐标,在半对数坐标纸(5.3.5)上绘制工作曲线。

5.6 试验数据处理

硼含量以硼的质量分数 w_B 计,按式(2)计算:

$$w_B = \frac{m_3 V_1 \times 10^{-3}}{m_2 V_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_3 ——自工作曲线上查得试液的硼量,单位为毫克(mg);

V_1 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_2 ——试料的质量,单位为克(g);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.7 精密度

5.7.1 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 按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

$w_B/\%$	5.29	8.54	11.30
$r/\%$	0.30	0.44	0.56

5.7.2 再现性

在再现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者外延法求得。

表 5

$w_B/\%$	5.29	8.54	11.30
$R/\%$	0.41	0.56	0.75

6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本部分编号、名称及所用的方法;
- 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) 审核、批准等人员的签名。

