



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.20—2020
代替 GB/T 20975.20—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 20: Determination of gallium content—
Butyrdamine B spectrophotometric method

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
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》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：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：铈含量的测定；
- 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：铌含量的测定。

本部分为 GB/T 20975 的第 20 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 20975.20—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法》。与 GB/T 20975.20—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；
- 修改了测定范围，由 0.005%~0.050% 修改为 0.005 0%~0.12%（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）。
- 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）；
- 增加了分析使用试剂和水的要求（见第 5 章）；
- 增加了“试验报告”（见第 11 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、长沙矿冶研究院有限责任公司、河南豫辉金属制品有限公司。

本部分主要起草人：石磊、潘首道、刘静、席欢、赵卫涛、李家华、马艳红、崔军峰、杨炳红、陈辉辉、刘钢湘、刘云贵、田利刚、艾蓁、周兵、张洁、吴光进、傅饶。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.20—1986、GB/T 6987.20—2001；
- GB/T 20975.20—2008。



铝及铝合金化学分析方法

第 20 部分:镓含量的测定

丁基罗丹明 B 分光光度法

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 的本部分规定了丁基罗丹明 B 分光光度法测定铝及铝合金中镓含量。
本部分适用于铝及铝合金中镓含量的仲裁测定,测定范围:0.005 0%~0.12%。

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 方法提要

试料用盐酸溶解,用三氯化钛还原三价铁,在 6 mol/L 盐酸介质中,用苯萃取 GaCl_4^- 与丁基罗丹明 B 生成紫红色络合物,于分光光度计波长 565 nm 处测量其吸光度,以此测定镓含量。

5 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。

5.1 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。

5.2 苯。

5.3 三氯化钛溶液(15%~20%)。

5.4 盐酸(6 mol/L):移取 500 mL 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)用水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.5 丁基罗丹明 B 溶液(4 g/L):称取 0.40 g 丁基罗丹明 B 置于烧杯中,加入盐酸(5.4)溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(5.4)稀释至刻度,混匀。

5.6 镓标准贮存溶液:称取 0.268 8 g 预先经 800 °C 灼烧 1 h 的三氧化二镓($\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 盐酸(5.4),于水浴上加热至完全溶解,冷却至室温,用盐酸(5.4)将溶液移入

200 mL 容量瓶中并以盐酸(5.4)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 镓。

5.7 镓标准溶液 A:移取 10.00 mL 镓标准贮存溶液(5.6)于 100 mL 容量瓶中,以盐酸(5.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镓。

5.8 镓标准溶液 B:移取 10.00 mL 镓标准溶液 A (5.7)于 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸(5.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 μg 镓(用时现配)。

6 仪器

分光光度计。

7 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

8 分析步骤

8.1 试料

称取质量(m)为 0.20 g 的试样(第 7 章),精确至 0.000 1 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料(8.1)做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料(8.1)置于 150 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 盐酸(5.4),待剧烈反应停止后,滴加 2 滴~3 滴过氧化氢(5.1),加热至完全溶解,冷却,将试液移入 100 mL 容量瓶(V_1)中,以盐酸(5.4)稀释至刻度,混匀。

8.4.2 按表 1 移取试液(8.4.1)于干燥的 125 mL 分液漏斗中。

表 1

镓的质量分数 w_{Ga} %	移取试液体积 V_2 mL	补加盐酸(5.4) mL
0.005~0.025	10.00	0
>0.025~0.050	5.00	5.0
>0.050~0.12	2.00	8.0

8.4.3 加入 0.5 mL 三氯化钛溶液(5.3),混匀。放置 3 min~4 min。加入 1 mL 丁基罗丹明 B 溶液(5.5),混匀。加入 10.00 mL 苯(5.2),振荡 1 min,静置分层后,弃去水相,将有机相移入离心管中离心分离。

8.4.4 将试液(8.4.3)有机相和空白试验(8.3)溶液有机相分别移入 1 cm 吸收池中,以苯(5.2)为参比,于分光光度计波长 565 nm 处,测量其吸光度。用试液有机相的吸光度减去空白试验溶液有机相的吸

光度后,从工作曲线上查出相应的镓量(m_1)。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镓标准溶液 B(5.8)于一组干燥的 125 mL 分液漏斗中,依次加入 10.0 mL、9.0 mL、8.0 mL、7.0 mL、6.0 mL、5.0 mL 盐酸(5.4),以下按照 8.4.3 进行。

8.5.2 将 8.5.1 中部分有机相移入 1 cm 吸收池中,以苯(5.2)为参比,于分光光度计波长 565 nm 处,测量其吸光度。以镓量为横坐标,吸光度(减去空白溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

9 试验数据处理

镓含量以镓质量分数 w_{Ga} 计,按式(1)计算:

$$w_{Ga} = \frac{m_1 V_1 \times 10^{-6}}{m V_2} \times 100\%$$

.....(1)

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得试液的镓量,单位为微克(μg);

V_1 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V_2 ——移取试液体积,单位为毫升(mL)。

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。

10 精密度

10.1 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

$w_{Ga}/\%$	0.006 3	0.014	0.034	0.062	0.11
$r/\%$	0.000 4	0.001	0.002	0.004	0.01

10.2 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

$w_{Ga}/\%$	0.006 3	0.014	0.034	0.062	0.11
$R/\%$	0.000 6	0.002	0.003	0.005	0.02

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 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) 审核、批准等人员的签名。
-

