



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.8—2020
代替 GB/T 20975.8—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 8 部分：锌含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 8: Determination of zinc content

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：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：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 8 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 20975.8—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 8 部分：锌含量的测定》，与 GB/T 20975.8—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 Na_2EDTA 滴定法，用氟化钠、氟化铵、硫脲、六偏磷酸钠掩蔽铝、铁、铜、锰等干扰离子，用六次甲基四胺作缓冲剂，二甲酚橙-次甲基蓝为指示剂，用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定锌（见第 4 章，2008 年版的第 2 章）；
- 增加了分析使用试剂和水的要求（见 4.2 和 5.2）；
- 修改了火焰原子吸收光谱法的精密度（见 5.7，2008 年版的第 17 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、西南铝业(集团)有限责任公司、有色金属技术经济研究院、东北轻合金有限责任公司、贵州省分析测试研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、广东省工业分析检测中心、中铝材料应用研究院有限公司、山东南山铝业股份有限公司、营口忠旺铝业有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心(安徽)、内蒙古锦联铝材有限公司、中铝洛阳铜加工有限公司、有研亿金新材料有限公司、广西柳州银海铝业股份有限公司、山东兖矿轻合金有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、北京有色金属与稀土应用研究所、昆明冶金研究院。

本部分主要起草人：赵淋、王芙蓉、曾茵、彭展、陈继伟、许洁瑜、席欢、周兵、苏玉龙、李延珍、郑伟、胡璇、梁永明、李绍文、刘朝方、范树辉、施宏娟、罗芬、冯旺、吴庆春、杨素丽、雷维松、李子尚、赵志国、曾慧、姚巧萍、徐钊。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.8—1986、GB/T 6987.8—2001；
- GB/T 6987.9—1986、GB/T 6987.9—2001；
- GB/T 20975.8—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第 8 部分: 锌含量的测定

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 Na_2EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法测定铝及铝合金中锌含量。

本部分适用于铝及铝合金中锌含量的仲裁测定。 Na_2EDTA 滴定法测定范围:2.00%~14.00%;火焰原子吸收光谱法测定范围:0.001 0%~14.00%。

Na_2EDTA 滴定法不适用于铅含量大于 0.01%或钴含量大于 0.05%的合金。

注: 锌质量分数>2.00%~14.00%时,采用火焰原子吸收光谱法为仲裁方法。

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 Na_2EDTA 滴定法

4.1 方法提要

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解。用氟化钠、氟化铵、硫脲、六偏磷酸钠掩蔽铝、铁、铜、锰等干扰元素,用六次甲基四胺作缓冲剂,二甲酚橙-次甲基蓝为指示剂,用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定锌,以此测定锌含量。

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实验室三级水。

4.2.1 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)。

4.2.2 盐酸(1+1)。

4.2.3 盐酸-硝酸混合酸:量取 300 mL 盐酸(1+1)和 50 mL 硝酸(1+1),混合。

4.2.4 氟化钠饱和溶液。

4.2.5 氟化铵溶液(300 g/L)。

4.2.6 硫脲溶液(100 g/L)。

4.2.7 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

4.2.8 六偏磷酸钠溶液(80 g/L)。

4.2.9 六次甲基四胺溶液(300 g/L)。

4.2.10 锌标准溶液($c_0=0.009\ 177\ \text{mol/L}$):称取 0.600 0 g 锌($w_{\text{Zn}}\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2.2),缓慢加热使溶解完全,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.2.11 Na_2EDTA 标准滴定溶液($c\approx 0.01\ \text{mol/L}$):

——配制:称取 3.416 g 乙二胺四乙酸二钠盐($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于热水,冷却后,用脱脂棉过滤于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮于聚乙烯瓶中;

——标定:移取 20.00 mL(V_1)锌标准溶液(4.2.10)于 500 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 水,10 mL 六次甲基四胺溶液(4.2.9),加入 4 滴二甲酚橙指示剂(4.2.13),加入 1 滴次甲基蓝指示剂(4.2.14)调至溶液呈紫红色,用 Na_2EDTA 标准滴定溶液(4.2.11)滴定至溶液由紫红色突变成蓝绿色,记录消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液(4.2.11)体积(V_2);

随同标定做空白试验,记录空白试验溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液(4.2.11)体积(V_2')。

——计算:按照式(1)计算 Na_2EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 V_1}{V_2 - V_2'} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_0 ——锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——移取锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定锌标准溶液所消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2' ——滴定空白试验溶液所消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.2.12 对硝基苯酚溶液(2 g/L)。

4.2.13 二甲酚橙指示剂(4 g/L):称取 0.20 g 二甲酚橙于 100 mL 烧杯中,加入 1 g 盐酸羟胺,加入 50 mL 无水乙醇溶液(1+1),搅拌使其溶解完全。

4.2.14 次甲基蓝指示剂(2 g/L):称取 0.050 g 次甲基蓝于 100 mL 烧杯中,加入 25 mL 无水乙醇溶液(1+1),搅拌使其溶解完全。

4.3 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.4 分析步骤

4.4.1 试料

称取质量(m)为 0.20 g 的试样(4.3),精确至 0.000 1 g。

4.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

4.4.3 空白试验

随同试料(4.4.1)做空白试验,记录消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液(4.2.11)体积(V_0)。

4.4.4 测定

4.4.4.1 将试料(4.4.1)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 盐酸-硝酸混合酸(4.2.3),缓慢加热至溶解完全,煮沸 2 min,冷却至室温,加入 50 mL 氟化钠饱和溶液(4.2.4)。

注:硅的质量分数大于 1%时,加入 22 mL 盐酸-硝酸混合酸(4.2.3),剧烈反应停止后,加入 1.5 mL 氢氟酸($\rho = 1.15 \text{ g/mL}$),加热至溶解完全,煮沸 2 min,冷却至室温。加入 35 mL 氟化钠饱和溶液(4.2.4)。

4.4.4.2 加入 1 滴对硝基苯酚溶液(4.2.12),用氨水(4.2.1)中和至溶液刚显黄色,用盐酸(4.2.2)中和至黄色刚好褪去,过量滴加 2 滴,加入 15 mL 氟化铵溶液(4.2.5)、15 mL 硫脲溶液(4.2.6)、5 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.7)、15 mL 六偏磷酸钠溶液(4.2.8),充分混匀,加入 30 mL 六次甲基四胺溶液(4.2.9)、4 滴二甲酚橙指示剂(4.2.13)、1 滴次甲基蓝指示剂(4.2.14)使溶液呈紫红色,用 Na_2EDTA 标准滴定溶液(4.2.11)滴定至溶液由紫红色突变成蓝绿色,记录消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液(4.2.11)体积(V)。

4.5 试验数据处理

锌含量以锌的质量分数 w_{Zn} 计,按式(2)计算:

$$w_{\text{Zn}} = \frac{c(V - V_0) \times 65.39 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c —— Na_2EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试料溶液所消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

65.39 ——锌的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

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。

4.6 精密度

4.6.1 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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1

$w_{\text{Zn}}/\%$	2.52	4.52	6.26	8.36	9.49	12.78
$r/\%$	0.14	0.15	0.18	0.21	0.22	0.30

4.6.2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_{\text{Zn}}/\%$	2.52	4.52	6.26	8.36	9.49	12.78
$R/\%$	0.16	0.18	0.20	0.24	0.25	0.45

5 火焰原子吸收光谱法

5.1 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解,于火焰原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰测量锌的吸光度,以此测定锌含量。

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二级水。

5.2.1 纯铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$, $w_{\text{Zn}} \leq 0.0005\%$)。

5.2.2 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

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

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

5.2.5 盐酸(1+1)。

5.2.6 硫酸(1+1)。

5.2.7 铝溶液 A(20 mg/mL):称取 20.00 g 纯铝(5.2.1)置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 600 mL 盐酸(5.2.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,加入数滴过氧化氢(5.2.4),煮沸数分钟,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.2.8 铝溶液 B(2 mg/mL):移取 50.00 mL 铝溶液 A(5.2.7)于 500 mL 容量瓶中,加入 270 mL 盐酸(5.2.5),用水稀释至刻度,混匀。

5.2.9 锌标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 锌($w_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$),置于 400 mL 烧杯中,分次加入总量为 50 mL 的盐酸(5.2.5),盖上表皿,缓慢加热至完全溶解,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

5.2.10 锌标准溶液 A:移取 50.00 mL 锌标准贮存溶液(5.2.9)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 锌。

5.2.11 锌标准溶液 B:移取 10.00 mL 锌标准贮存溶液(5.2.9)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 锌。

5.3 仪器

火焰原子吸收光谱仪,附锌空心阴极灯。仪器应满足下列条件:

- 特征浓度:在与测量试料溶液基体一致的溶液中,锌的特征浓度应不大于 $0.02 \mu\text{g/mL}$;
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量吸光度 10 次,其标准偏差应不超过吸光度平均值的 1.0%,用最低浓度的标准溶液(不是零浓度溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%;
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分为五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.70。

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

按表 3 称取质量(m_0)的试样(5.4),精确至 0.000 1 g。

表 3

锌的质量分数 w_{Zn} %	试料质量 m_0 g	试液总体积 V_3 mL	移取体积 V_4 mL	测试体积 V_5 mL	补加盐酸(5.2.5) mL
0.001 0~0.030	1.00	100	—	—	—
>0.030~0.30	0.50	500	—	—	—
>0.30~3.00	0.50	250	25.00	500	13.5
>3.00~6.00	0.50	500	25.00	500	13.5
>6.00~14.00	0.50	500	10.00	500	13.5

5.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.5.3 空白试验

按表 3 称取相应质量的纯铝(5.2.1)代替试料(5.5.1),随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 将试料(5.5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL~40 mL 水,分次加入总量为 30 mL 盐酸(5.2.5),盖上表皿,待剧烈反应停止后,缓慢加热至试料完全溶解,滴加数滴过氧化氢(5.2.4),煮沸数分钟,冷却。

5.5.4.2 如有不溶物,过滤,洗涤。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(勿使滤纸燃烧),在约 550 °C 灼烧,冷却。加入 2 mL 硫酸(5.2.6),5 mL 氢氟酸(5.2.3),并逐滴加入硝酸(5.2.2)至溶液清亮(约 1 mL),加热蒸发至干,在 700 °C 灼烧数分钟,冷却。用尽量少的盐酸(5.2.5)溶解残渣(必要时过滤)。将此试液合并于原滤液中。

5.5.4.3 按表 3 将试液或处理不溶物后合并的试液移入相应容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.4.4 按表 3 移取相应体积的试液于相应容量瓶中,补加相应体积的盐酸(5.2.5),用水稀释至刻度,混匀。将试液于火焰原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,以空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量锌的吸光度。用试液的吸光度(减去空白试验溶液的吸光度)从工作曲线上查出相应的锌的质量浓度(ρ)。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 根据试料中锌的质量分数,工作曲线系列标准溶液的制备分为以下 5 种:

- 锌的质量分数为 0.001%~0.030%时:移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 锌标准溶液 B(5.2.11)及 3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 锌标准溶液 A(5.2.10)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 50.00 mL 铝溶液 A(5.2.7),用水稀释至刻度,混匀。
- 锌的质量分数为 >0.030%~0.30%时:移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL、30.00 mL 锌标准溶液 A(5.2.10)分别置于一组 500 mL 容量瓶中,各加入 25.00 mL 铝溶液 A(5.2.7),用水稀释至刻度,混匀。
- 锌的质量分数为 >0.30%~3.00%时:移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL、30.00 mL 锌标准溶液 A(5.2.10)分别置于一组 500 mL 容量瓶中,各加入 2.50 mL 铝溶液 A(5.2.7),用水稀释至刻度,混匀。

- d) 锌的质量分数为 $>3.00\%$ ~ 6.00% 时:移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL、30.00 mL 锌标准溶液 A(5.2.10)分别置于一组 500 mL 容量瓶中,各加入 12.5 mL 铝溶液 B(5.2.8),用水稀释至刻度,混匀。
- e) 锌的质量分数为 $>6.00\%$ ~ 14.00% 时:移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL、30.00 mL 锌标准溶液 A(5.2.10)分别置于一组 500 mL 容量瓶中,各加入 5.0 mL 铝溶液 B(5.2.8),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.5.2 将系列标准溶液(5.5.5.1)于火焰原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度。以锌的质量浓度为横坐标,吸光度(减去“零”浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6 试验数据处理

锌含量以锌的质量分数 w_{Zn} 计,按式(3)计算:

$$w_{Zn} = \frac{\rho V_3 V_5 \times 10^{-3}}{m_0 V_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得试液中锌的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_5 ——测试体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_4 ——移取体积,单位为毫升(mL)。

锌的质量分数 $<1.00\%$ 时,计算结果保留两位有效数字;锌的质量分数 $\geq 1.00\%$ 时,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

$w_{Zn}/\%$	0.008 2	0.018	0.21	0.46	0.72	1.12	7.13	10.39	12.47
$r/\%$	0.000 4	0.001	0.01	0.03	0.04	0.07	0.11	0.22	0.31

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

$w_{Zn}/\%$	0.008 2	0.018	0.21	0.46	0.72	1.12	7.13	10.39	12.47
$R/\%$	0.001 2	0.002	0.02	0.04	0.05	0.09	0.13	0.32	0.41

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。
-