



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.22—2020
代替 GB/T 20975.22—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 22 部分：铍含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 22: Determination of beryllium content

2020-06-02 发布

2021-04-01 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 个部分：

- 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：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：铟含量的测定；
- 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 22 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 20975.22—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 22 部分：铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法》，与 GB/T 20975.22—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“定义和术语”（见第 3 章）；
- 修改了“依莱铬氰兰 R 分光光度法（I）”称样量（见表 1，2008 年版的表 1）；
- 修改了“依莱铬氰兰 R 分光光度法（I）”工作曲线分段（见 4.5.5，2008 年版的 6.5）；
- 修改了“依莱铬氰兰 R 分光光度法（I）”的精密度（见 4.7，2008 年版的第 8 章）；
- 增加了“依莱铬氰兰 R 分光光度法（II）”（见第 5 章）；
- 删除了“质量控制与保证”（见 2008 年版的第 9 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：东北轻合金有限责任公司、贵州省分析测试研究院、有色金属技术经济研究院、山东兖矿轻合金有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、中铝材料应用研究院有限公司苏州分公司、中铝瑞闽股份有限公司。

本部分主要起草人：周兵、赵永军、席欢、赵世卓、王雪、王鹏、王悦、杨炳红、韩啸、杨鸿波、石钰、马月、兰政、王国军、纪艳丽、李超、贺文秀、刘双庆。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.22—1987、GB/T 6987.22—2001；
- GB/T 20975.22—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第 22 部分：铍含量的测定

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 的本部分规定了依莱铬氰兰 R 分光光度法测定铝及铝合金中铍含量。

本部分适用于铝及铝合金中铍含量的仲裁测定。依莱铬氰兰 R 分光光度法(I)测定范围:0.000 1%~0.45%;依莱铬氰兰 R 分光光度法(II)测定范围:2.00%~6.50%。

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 依莱铬氰兰 R 分光光度法(I)

4.1 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解,以乙二胺四乙酸二钠、酒石酸钠为掩蔽剂,在 pH 值为 9.5 的氨-硝酸铵缓冲溶液中,铍与依莱铬氰兰 R(SCR)、溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)形成三元络合物,于分光光度计波长 560.0 nm 处测量其吸光度,以此测定铍含量。

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二级水。

4.2.1 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

4.2.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.2.3 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

4.2.4 氨水($\rho=0.90$ g/mL)。

4.2.5 盐酸(1+1)。

4.2.6 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(100 g/L),需过滤。

4.2.7 酒石酸钠溶液(1 mol/L),需过滤。

4.2.8 依莱铬氰兰 R(Solochrome cyanine R, SCR)溶液(2 g/L):称取 0.500 g SCR 于 250 mL 烧杯中,加入 2 mL 硝酸(4.2.2),用玻璃棒搅匀,再加入约 150 mL 水使之溶解完全,移入 250 mL 容量瓶中,若浑浊需过滤,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.9 溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)溶液(4 g/L):称取 1.000 g CTMAB 于 250 mL 烧杯中,加入约 150 mL 水、10 mL 乙醇,搅拌、温热使之溶解完全,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。(使用时若出现结晶,可温热至清亮)。

4.2.10 氨-硝酸铵缓冲溶液:称取 51.8 g 硝酸铵溶解于约 400 mL 水中,加入 65 mL 氨水(4.2.4),摇匀。用氨水(4.2.4)或硝酸(1+1)调整至 pH 值为 9.5(pH 计测定),移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.11 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.00 g 纯铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$)于 2 000 mL 烧杯中,盖上表面皿,分次加入总量为 600 mL 的盐酸(4.2.5),缓慢加热至完全溶解,取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.12 铍标准贮存溶液:使用有证标准溶液配制。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铍。

4.2.13 铍标准溶液 A:移取 25.00 mL 铍标准贮存溶液(4.2.12)于 500 mL 容量瓶中,加入 167 mL 盐酸(4.2.5),以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 5 μg 铍。

4.2.14 铍标准溶液 B:移取 20.00 mL 铍标准溶液 A(4.2.13)于 100 mL 容量瓶中,加入 33 mL 盐酸(4.2.5),以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 1 μg 铍。

4.2.15 铍标准溶液 C:移取 20.00 mL 铍标准溶液 A(4.2.13)于 500 mL 容量瓶中,加入 83 mL 盐酸(4.2.5),以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 0.2 μg 铍。

4.2.16 对硝基苯酚溶液(2 g/L)。

4.3 仪器

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 pH 计或离子计。

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 称取相应质量(m_1)的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

表 1

$w_{\text{Be}}/\%$	试料质量 m_1/g	样品溶液总体积 V_1/mL	移取样品溶液 (4.5.4.1) 体积 V_2/mL	补加铝溶液 (4.2.11) 体积/mL	加入 SCR 溶液 (4.2.8)体积/mL
0.000 1~0.001 0	1.00	100	10.00	0	2.0
>0.001 0~0.005 0	1.00	250	10.00	3.0	
>0.005 0~0.10	0.50	250	5.00	4.5	3.0
>0.10~0.45	0.25	500	5.00	5.0	

4.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

4.5.3 空白试验

移取 5.0 mL 铝溶液(4.2.11)于 50 mL 容量瓶中,以下按 4.5.4.4、4.5.4.5 进行操作。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,分次缓慢加入总量为 30 mL 的盐酸(4.2.5),盖上表面皿,待剧烈反应停止后,加入 2 mL 硝酸(4.2.2),加热至试料溶解完全,取下。按表 1,以中速定量滤纸过滤于相应的容量瓶(V_1)中,用热水洗涤烧杯及沉淀 7 次~8 次,冷却。当试样中硅质量分数 $\geq 1.00\%$ 时,过滤后将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,于 700 °C 灼烧 30 min,取出,冷却,加入 2 mL 硫酸(4.2.1)、5 mL 氢氟酸(4.2.3),滴加硝酸(4.2.2)使溶液清亮,加热使硅挥发,取下,冷却,滴加少量盐酸(4.2.5)溶解残渣(如浑浊需过滤),将溶液合并于上述样品溶液中。

4.5.4.2 将样品溶液(4.5.4.1)以水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取相应的体积(V_2)于 50 mL 容量瓶中,并补加铝溶液(4.2.11)。

4.5.4.3 加入 1.5 mL 酒石酸钠溶液(4.2.7),充分摇匀。加入 15.00 mL Na_2EDTA 溶液(4.2.6),立即加入 1 滴对硝基苯酚溶液(4.2.16),并在不断摇动下用氨水(4.2.4)调整溶液由无色变为浅黄色,再加入 2.00 mL 氨水(4.2.4);加入 5.00 mL 氨-硝酸铵缓冲溶液(4.2.10),摇匀;加入 4.00 mL CTMAB 溶液(4.2.9),缓慢摇匀,放置约 5 min。加入 Na_2EDTA 溶液后不应放置,之后的操作步骤要连续进行。

4.5.4.4 按表 1,加入 SCR 溶液(4.2.8),以水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.5 将部分样品溶液(4.5.4.4)移入石英吸收池中,以空白试验(4.5.3)为参比,于分光光度计波长 560.0 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铍质量(m_2)。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 根据铍质量分数,工作曲线系列标准溶液的配制分为以下两种:

- a) 铍质量分数为 0.000 1%~0.005 0%时:于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 5.0 mL 铝溶液(4.2.11),依次分别加入 0 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 铍标准溶液 C(4.2.15)。加入 1.5 mL 酒石酸钠溶液(4.2.7),充分摇匀。加入 15.00 mL Na_2EDTA 溶液(4.2.6),立即加入 1 滴对硝基苯酚溶液(4.2.16),并在不断摇动下用氨水(4.2.4)调整溶液由无色变为浅黄色,再加入 2.00 mL 氨水(4.2.4);加入 5.00 mL 氨-硝酸铵缓冲溶液(4.2.10),摇匀;加入 4.00 mL CTMAB 溶液(4.2.9),缓慢摇匀,放置约 5 min。加入 2.00 mL SCR 溶液(4.2.8),以水稀释至刻度,混匀。加入 Na_2EDTA 溶液后不应放置,之后的操作步骤要连续进行。
- b) 铍质量分数为 $>0.005\ 0\%$ ~0.40%时:于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 5.0 mL 铝溶液(4.2.11),依次分别加入 0 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 铍标准溶液 B(4.2.14)。加入 1.5 mL 酒石酸钠溶液(4.2.7),充分摇匀。加入 15.00 mL Na_2EDTA 溶液(4.2.6),立即加入 1 滴对硝基苯酚溶液(4.2.16),并在不断摇动下用氨水(4.2.4)调整溶液由无色变为浅黄色,再加入 2.00 mL 氨水(4.2.4);加入 5.00 mL 氨-硝酸铵缓冲溶液(4.2.10),摇匀;加入 4.00 mL CTMAB 溶液(4.2.9),缓慢摇匀,放置约 5 min。加入 3.00 mL SCR 溶液(4.2.8),以水稀释至刻度,混匀。加入 Na_2EDTA 溶液后不应放置,之后的操作步骤要连续进行。

4.5.5.2 将部分系列标准溶液(4.5.5.1)移入石英吸收池中,以试剂空白溶液(未加铍标准溶液者)为参

比,于分光光度计波长 560.0 nm 处测量其吸光度,以铍质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据的处理

铍含量以铍质量分数 w_{Be} 计,按式(1)计算:

$$w_{\text{Be}} = \frac{m_2 V_1}{m_1 V_2 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——自工作曲线上查得铍的质量,单位为微克(μg);

V_1 ——样品溶液总体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g);

V_2 ——移取样品溶液体积,单位为毫升(mL)。

铍质量分数 $<0.0010\%$ 时,计算结果保留一位有效数字;铍质量分数 $\geq 0.0010\%$ 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求法得。

表 2

$w_{\text{Be}}/\%$	0.000 2	0.005 3	0.022	0.40
$r/\%$	0.000 1	0.000 4	0.002	0.03

4.7.2 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,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外延法求得。

表 3

$w_{\text{Be}}/\%$	0.000 2	0.005 3	0.022	0.40
$R/\%$	0.000 1	0.000 9	0.003	0.04

5 依莱铬氰兰 R 分光光度法(Ⅱ)

5.1 方法提要

试料用盐酸溶解,以乙二胺四乙酸二钠、酒石酸钠为掩蔽剂,在 pH 值为 9.5 的氨-硝酸铵缓冲溶液中,铍与依莱铬氰兰 R(SCR)、溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)形成三元络合物,于分光光度计波长 560.0 nm 处测量其吸光度,以此测定铍含量。

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 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

5.2.2 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)。

5.2.3 盐酸(1+1)。

5.2.4 酒石酸钠溶液(200 g/L),需过滤。

5.2.5 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(100 g/L),需过滤。

5.2.6 溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)溶液(4 g/L):称取 1.000 g CTMAB 于 250 mL 烧杯中,加入约 150 mL 水、10 mL 乙醇,搅拌、温热使之溶解完全,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(使用时如果出现结晶可温热至清亮)。

5.2.7 依来铬氰兰 R(Solochrome cyanine R, SCR)溶液(2 g/L):称取 0.500 g SCR 于 250 mL 烧杯中,加入 2 mL 硝酸(5.2.1),用玻璃棒搅匀,再加入约 150 mL 水使之溶解完全,移入 250 mL 容量瓶中,若浑浊需过滤,以水稀释至刻度,混匀。

5.2.8 氨-硝酸铵缓冲溶液:称取 51.8 g 硝酸铵溶解于约 400 mL 水中,加入 65 mL 氨水(5.2.2),混匀。用氨水(5.2.2)或硝酸(1+1)调整至 pH 值为 9.5(pH 计测定),移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.2.9 铍标准贮存溶液:使用有证标准溶液配制。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铍。

5.2.10 铍标准溶液 D:移取 10.00 mL 铍标准贮存溶液(5.2.9)于 500 mL 容量瓶中,加入 167 mL 盐酸(5.2.3),以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 2 μg 铍。

5.2.11 对硝基苯酚溶液(2 g/L)。

5.3 仪器

5.3.1 分光光度计。

5.3.2 pH 计。

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_3)为 0.250 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 空白试验

随同试料(5.5.1)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,分次加入总量为 20 mL 的盐酸(5.2.3),盖上表面皿,待剧烈反应停止后,加热使试料溶解完全,冷却,移入 250 mL 容量瓶(V_3)中(若有不溶物需过滤),以水稀释

至刻度,混匀。

5.5.4.2 移取体积(V_4)为 5.00 mL 样品溶液(5.5.4.1)于 250 mL 容量瓶(V_5)中,加入 20 mL 盐酸(5.2.3),以水稀释至刻度,混匀。

5.5.4.3 移取体积(V_6)5.00 mL 样品溶液(5.5.4.2)于 50 mL 容量瓶中。

5.5.4.4 加入 1.0 mL 酒石酸钠溶液(5.2.4),充分摇匀。加入 2.0 mL Na_2EDTA 溶液(5.2.5),立即加入 1 滴对硝基苯酚溶液(5.2.11)并在不断摇动下用氨水(5.2.2)调整溶液由无色变为浅黄色,再加入 2.00 mL 氨水(5.2.2)。加入 5.0 mL 氨-硝酸铵缓冲溶液(5.2.8),摇匀。加入 4.0 mL CTMAB 溶液(5.2.6),缓慢摇匀,放置约 5 min,加入 3.00 mL SCR 溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀。加入 Na_2EDTA 溶液后不应放置,之后的操作步骤要连续进行。

5.5.4.5 将部分样品溶液(5.5.4.4)移入吸收池中,以空白试验(5.5.3)为参比,于分光光度计波长 560.0 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铍质量(m_4)。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 移取 0 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、3.50 mL 铍标准溶液 D(5.2.10)分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加水稀释至 10 mL,以下按 5.5.4.4 进行操作。

5.5.5.2 将部分系列标准溶液(5.5.5.1)移入吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 560.0 nm 处测量其吸光度,以铍质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6 试验数据的处理

铍含量以铍质量分数 w_{Be} 计,按式(2)计算:

$$w_{\text{Be}} = \frac{m_4 V_3 V_5}{m_3 V_4 V_6 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_4 ——自工作曲线上查得铍的质量,单位为微克(μg);

V_3 ——第 1 次定容样品溶液体积,单位为毫升(mL);

V_5 ——第 2 次定容样品溶液体积,单位为毫升(mL);

m_3 ——试料的质量,单位为克(g);

V_4 ——第 1 次移取样品溶液体积,单位为毫升(mL);

V_6 ——第 2 次移取样品溶液体积,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 按表 4 数据采用接近的数据利用比例求得。

表 4

$w_{\text{Be}}/\%$	2.84	6.08
$r/\%$	0.15	0.18

5.7.2 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,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 数据采用接近的数据利用比例求得。

表 5

$\omega_{Be} / \%$	2.84	6.08
$R / \%$	0.22	0.32

6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本部分编号、名称及所使用的方法名称;
- 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。

