



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.23—2020
代替 GB/T 20975.23—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 23 部分：锑含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 23: Determination of antimony 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：锆含量的测定；
- 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：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 23 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 20975.23—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 23 部分：铈含量的测定 碘化钾分光光度法》，与 GB/T 20975.23—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“范围”，增加了铝铈中间合金铈含量的测定，扩大了测定范围（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）；
- 修改了“碘化钾分光光度法”的精密度（见 4.7，2008 年版的第 8 章）；
- 增加了“硫酸铈滴定法”（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、广东省工业分析检测中心、有色金属技术经济研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、西安汉唐分析检测有限公司、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、山东南山铝业股份有限公司、北矿检测技术有限公司、山东兖矿轻合金有限公司。

本部分主要起草人：周兵、张天姣、席欢、熊晓燕、高新宇、成震今、杨欣、李伟、帅瑞铖、王强、蒯丽君、徐升、韦艳琴、熊方祥、张红霞、李文志、白晓霞、张辉玲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.23—1986、GB/T 6987.23—2001；
- GB/T 20975.23—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第 23 部分：铈含量的测定

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 的本部分规定了碘化钾分光光度法和硫酸铈滴定法测定铝及铝合金中铈含量。

本部分适用于铝及铝合金中铈含量的仲裁测定。碘化钾分光光度法测定范围:0.004 0%~0.25%;硫酸铈滴定法测定范围:4.00%~16.50%。

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 碘化钾分光光度法

4.1 方法提要

试料以氢氧化钠溶解,在硫酸介质中,用硫脲掩蔽铜,抗坏血酸掩蔽铁,碘化钾显色,于分光光度计波长 330.0 nm 处测量其吸光度,以此测定铈含量。

4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯试剂和实验室二级水。

4.2.1 纯铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$, $w_{\text{Sb}} \leq 0.001 0\%$)。

4.2.2 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。

4.2.3 硫酸(1+2.6,约 5 mol/L)。

4.2.4 硫酸(约 2.5 mol/L):将硫酸(4.2.3)稀释 1 倍。

4.2.5 碘化钾溶液(550 g/L)。

4.2.6 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

4.2.7 抗坏血酸溶液(150 g/L,用时现配)。

4.2.8 硫脲溶液(100 g/L)。

4.2.9 铁溶液(0.5 mg/mL):称取 1.08 g 硫酸铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶 100 mL 水中,加入

25 mL 硫酸(4.2.4),移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.10 铈标准贮存溶液:优先使用有证标准溶液配制。或称取 0.100 0 g 铈粉($w_{\text{sb}} \geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硫酸(4.2.2),加热溶解,待溶解完全后,用硫酸(4.2.3)洗入 1 000 mL 容量瓶中,以硫酸(4.2.3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铈。

4.2.11 铈标准溶液:移取 50.00 mL 铈标准贮存溶液(4.2.10)于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 水,用硫酸(4.2.4)稀释至刻度,混匀(溶液硫酸浓度约 2.5 mol/L)。此溶液 1 mL 含 0.02 mg 铈。

4.3 仪器

分光光度计(具有紫外部分),石英吸收池。

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

称取质量(m_0)为 1.00 g 的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

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

称取 1.00 g 纯铝(4.2.1),加入与试料相应含量的铁溶液(4.2.9),随同试料(4.5.1)做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(4.2.6),盖上表面皿。待剧烈反应停止后,缓慢加热至试料溶解完全。

4.5.4.2 取下烧杯,稍冷。小心加入 63 mL 硫酸(4.2.3),加热溶解盐类并蒸发至体积约 70 mL,取下,稍冷。

4.5.4.3 用中速定量滤纸将样品溶液过滤于 100 mL 容量瓶(V_0)中,用热水洗涤烧杯和滤纸,冷却。以水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.4 当铈质量分数为 0.004 0%~0.060%时,移取体积(V_1)为 25.00 mL 样品溶液(4.5.4.3)于 50 mL 容量瓶中;铈质量分数为 >0.060%~0.25%时,移取体积(V_1)为 5.00 mL 样品溶液(4.5.4.3)于 50 mL 容量瓶中,补加入 22.0 mL 硫酸(4.2.4)。

4.5.4.5 于盛有样品溶液(4.5.4.4)的 50 mL 容量瓶中加入 5 mL 硫脲溶液(4.2.8),5 mL 抗坏血酸溶液(4.2.7),10 mL 碘化钾溶液(4.2.5),以水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

4.5.4.6 将部分样品溶液(4.5.4.5)于石英吸收池中,以空白试验(4.5.3)为参比,于分光光度计波长 330.0 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铈质量(m_1)。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL 铈标准溶液(4.2.11)于一组 50 mL 容量瓶中,依次补加 28.0 mL、27.5 mL、27.0 mL、25.0 mL、23.0 mL、20.0 mL 硫酸(4.2.4)。加入 5 mL 硫脲溶液(4.2.8),5 mL 抗坏血酸溶液(4.2.7),10 mL 碘化钾溶液(4.2.5),以水稀释至刻度,混

匀。放置 10 min。

4.5.5.2 将标准溶液(4.5.5.1)分别于石英吸收池中,以试剂空白(未加铈标准溶液者)为参比,于分光光度计(4.3)波长 330.0 nm 处测量其吸光度。以铈质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

铈含量以铈质量分数 w_{sb} 计,按式(1)计算:

$$w_{\text{sb}} = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铈质量,单位为毫克(mg);

V_0 ——样品溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——移取样品溶液的体积,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 中的 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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1

$w_{\text{sb}}/\%$	0.006 7	0.017	0.27
$r/\%$	0.000 8	0.002	0.02

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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_{\text{sb}}/\%$	0.006 7	0.017	0.27
$R/\%$	0.001 0	0.003	0.03

5 硫酸铈滴定法

5.1 方法提要

试样用硫酸溶解,在酸性溶液中铈(Ⅲ)被硫酸铈氧化为铈(Ⅴ),过量的硫酸铈使甲基橙褪色,用以确定滴定终点,以此测定铈含量。

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 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

5.2.2 硫酸(1+1)。

5.2.3 硫酸铈标准滴定溶液($c\approx 0.016$ mol/L)。

——配制:称取 16 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 1 000 mL 烧杯中,加入 200 mL 硫酸(5.2.2)、600 mL 水,加热溶解,冷却至室温。移入 2 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

——标定:分别称取 3 份质量(m_2)为 0.040 0 g 纯铈($w_{\text{Sb}}\geq 99.99\%$)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 浓硫酸($\rho=1.84$ g/L),加热溶解至清亮后,继续加热至刚冒白烟,取下,冷却。用水吹洗瓶口,加入 80 mL 水,加热煮沸 5 min,取下,加入 20 mL 盐酸(5.2.1),加入 2 滴~3 滴甲基橙溶液(5.2.4),立即用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为淡黄色即为终点。平行标定所消耗的硫酸铈标准滴定溶液(5.2.3)体积的极差应不大于 0.15 mL,取其平均值(V_4)。

随同标定做空白试验,记录消耗硫酸铈标准滴定溶液(5.2.3)体积(V_3)。

——计算:按照式(2)计算硫酸铈标准滴定溶液的浓度 c :

$$c = \frac{m_2}{(V_4 - V_3) \times 60.88 \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——纯铈的质量,单位为克(g);

V_4 ——标定中金属铈消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——标定中空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

60.88——铈(1/2Sb)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

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。

5.2.4 甲基橙溶液(1 g/L)。

5.3 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

称取质量(m_3)为 0.20 g 的试样(5.3),精确到 0.000 1 g。

5.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.4.3 空白试验

随同试料(5.4.1)做空白试验,记录消耗硫酸铈标准滴定溶液(5.2.3)体积(V_5)。

5.4.4 测定

将试料(5.4.1)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 硫酸(5.2.2),加热至试料完全溶解,取下冷却。用水吹洗瓶口,加水约 80 mL,加热煮沸 5 min,取下,加入 20 mL 盐酸(5.2.1),加入 2 滴~3 滴甲基橙溶液(5.2.4),立即用硫酸铈标准滴定溶液(5.2.3)滴定至溶液由红色变为淡黄色,即为终点,记录消耗硫酸铈标准滴定溶液(5.2.3)体积(V_6)。

5.5 试验数据处理

锑含量以锑质量分数 w_{Sb} 计,按式(3)计算:

$$w_{Sb} = \frac{c(V_6 - V_5) \times 60.88}{m_3 \times 10^3} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- c ——硫酸铈标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_6 ——滴定样品溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_5 ——滴定空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 60.88 ——锑(1/2Sb)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- m_3 ——试料质量,单位为克(g)。

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

5.6 精密度

5.6.1 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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3

$w_{Sb} / \%$	4.53	9.66	13.49
$r / \%$	0.41	0.44	0.46

5.6.2 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,这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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

$w_{Sb} / \%$	4.53	9.66	13.49
$R / \%$	0.42	0.58	0.69

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;
- 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。