



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.4—2020
代替 GB/T 20975.4—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 4 部分：铁含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 4: Determination of iron 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：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 4 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 20975.4—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 4 部分：铁含量测定 邻二氮杂菲分光光度法》。本部分与 GB/T 20975.4—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”，增加了测定范围 $>3.50\% \sim 65.00\%$ （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“邻二氮杂菲分光光度法”中不同铁含量的操作及表 1（见 4.5.4.2，2008 年版的 6.4.2）；
- 修改了“邻二氮杂菲分光光度法”的工作曲线（见 4.5.5.1，2008 年版的 6.5.1）；
- 修改了“邻二氮杂菲分光光度法”的精密度（见 4.7，2008 年版的第 8 章）；
- 增加了“重铬酸钾滴定法”（见第 5 章）；
- 删除了“质量保证与控制”（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、有色金属技术经济研究院、广西柳州银海铝业股份有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心、河北四通新型材料股份有限公司、中铝瑞闽股份有限公司、广东广铝铝型材有限公司、有研亿金新材料有限公司。

本部分主要起草人：周兵、刘显东、席欢、李志云、罗芬、张金娥、李彪、李伟、马月、刘畅、潘飏、刘朝方、贺铭兰、王伟、兰政、韩啸、赵胜强、曹俊成。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.4—1986、GB/T 6987.4—2001；
- GB/T 20975.4—2008。



铝及铝合金化学分析方法

第4部分：铁含量的测定

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 的本部分规定了邻二氮杂菲分光光度法和重铬酸钾滴定法测定铝及铝合金中铁含量。

本部分适用于铝及铝合金中铁含量的仲裁测定。邻二氮杂菲分光光度法测定范围：0.001 0%～3.50%；重铬酸钾滴定法测定范围：>3.50%～65.00%。

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 邻二氮杂菲分光光度法

4.1 方法提要

试料以盐酸和过氧化氢溶解，用盐酸羟胺还原铁，控制试液 pH 值为 3.5～4.5，使二价铁离子与邻二氮杂菲形成稳定的橙红色络合物，于分光光度计波长 510.0 nm 处测定其吸光度，以此测定铁含量。

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 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

4.2.2 盐酸(5+1)。

4.2.3 盐酸(1+1)。

4.2.4 氢氧化钠溶液(200 g/L)，贮存于塑料瓶中。

4.2.5 盐酸羟胺溶液(10 g/L)。

4.2.6 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)：称取 2.5 g 邻二氮杂菲($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)或 3 g 盐酸邻二氮杂菲($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$)溶解于温水中，冷却。以水稀释至 1 000 mL，混匀。

4.2.7 氯化镍($NiCl_2 \cdot 6H_2O$)溶液(1 g/L)。

4.2.8 缓冲溶液:称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)以 500 mL 水溶解,过滤后,加入 240 mL 冰乙酸($\rho=1.05 \text{ g/mL}$),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.9 混合溶液:将盐酸羟胺溶液(4.2.5)、邻二氮杂菲溶液(4.2.6)和缓冲溶液(4.2.8)以(1+1+3)的体积比相混合,贮存于棕色瓶中。贮存期不超过四周。

4.2.10 铁标准贮存溶液:优先使用有证标准溶液配制。或称取 0.286 0 g 预先在 600 °C 灼烧过的三氧化二铁 $[\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.99\%]$,置于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(4.2.3),加热至完全溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 铁。

4.2.11 铁标准溶液 A:移取 25.00 mL 铁标准贮存溶液(4.2.10)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 铁。

4.2.12 铁标准溶液 B:移取 25.00 mL 铁标准贮存溶液(4.2.10)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 铁。

4.3 仪器

分光光度计。

4.4 试样

将样品加工成不大于 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_0)的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

4.5.2 平行实验

平行做两份试验,取其平均值。

4.5.3 空白试验

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,盖上表皿,分次加入总量为 25 mL 的盐酸(4.2.3),待剧烈反应后,滴加 7 滴~8 滴过氧化氢(4.2.1),若为纯铝试样可滴加氯化镍溶液(4.2.7),缓慢加热至试料完全溶解,煮沸 5 min,冷却。不易于被盐酸溶解或硅含量高的铝合金可采用碱溶法。将试料(4.5.1)置于 100 mL 银烧杯(或聚四氟乙烯烧杯)中,小心地加入 20 mL 氢氧化钠溶液(4.2.4),盖上银表皿(或聚四氟乙烯盖),加热至试料完全溶解,若试样中硅的质量分数 $\geq 4.00\%$,将试液在稍低于沸点的温度下保持 20 min,小心补加因蒸发而损失的水量,煮沸 2 min~3 min,以水洗杯壁及表皿,并将试液稀释至约 25 mL,加入 20 mL 盐酸(4.2.2),煮沸至溶液清亮,冷却。

4.5.4.2 当铁质量分数为 0.001 0%~0.050%时,将样品溶液(4.5.4.1)移入 100 mL 容量瓶中,如有不溶物,用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀。当铁质量分数 $>0.050\%$ ~3.50%时,按表 1 将样品溶液(4.5.4.1)移入相应的容量瓶(V_0)中,如有不溶物,用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀,以水稀释至刻度,混匀,再移取相应的体积(V_1)的溶液于 100 mL 容量瓶中。

表 1

铁的质量分数 $w_{\text{Fe}}/\%$	试料质量 m_0/g	样品溶液体积 V_0/mL	移取样品溶液体积 V_1/mL
0.001 0~0.010	1.00	—	—
>0.010~0.050	0.50		
>0.050~0.25	0.50	250	50.00
>0.25~1.50		500	20.00
>1.50~3.50			10.00

4.5.4.3 于 100 mL 容量瓶中,加入 25 mL 混合溶液(4.2.9),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。若试样中铜质量分数 $\geq 5.0\%$ 或锌质量分数 $\geq 4.0\%$ 或镍质量分数 $\geq 2.0\%$ 时,或铜、锌、镍质量分数含量 $\geq 5\%$ 时,加入 25 mL 混合溶液(4.2.9)后,再加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液(4.2.6)(绘制工作曲线时,也相应再加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

4.5.4.4 将部分样品溶液(4.5.4.3)移入吸收池中,以空白试验(4.5.3)为参比。于分光光度计波长 510.0 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁质量(m_1)。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 根据试料中铁的质量分数,系列标准溶液的制备分为以下 2 种:

- 铁质量分数为 0.001 0%~0.010% 时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液 B(4.2.12),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,稀释至约 50 mL,加入 25 mL 混合溶液(4.2.9),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min;
- 铁质量分数为 >0.010%~3.50% 时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铁标准溶液 A(4.2.11),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,稀释至约 50 mL,加入 25 mL 混合溶液(4.2.9),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

4.5.5.2 将部分系列标准溶液(4.5.5.1)移入吸收池中,以试剂空白溶液(未加铁标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 510.0 nm 处测量其吸光度。以铁质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据的处理

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,按式(1)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{m_1 V_0}{m_0 V_1 \times 10^3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铁质量,单位为毫克(mg);

V_0 ——样品溶液体积,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)。

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

$w_{\text{Fe}}/\%$	0.009 0	0.056	0.86	3.44
$r/\%$	0.000 8	0.004	0.02	0.06

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,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

$w_{\text{Fe}}/\%$	0.009 0	0.056	0.86	3.44
$R/\%$	0.001 1	0.006	0.04	0.09

5 重铬酸钾滴定法

5.1 方法提要

在酸性溶液中,以重铬酸钾标准滴定溶液直接滴定二价铁离子,过量的重铬酸钾将二苯胺磺酸钠指示剂氧化为紫色,即为终点,以此测定铁含量。

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 氟化铵溶液(100 g/L)。

5.2.2 硫酸-磷酸混合酸:于 300 mL 硫酸(1+3)中,缓慢加入 10 mL 磷酸($\rho=1.69$ g/mL),混匀。

5.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液($c=0.015$ mol/L):称取 4.413 0 g 已于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电烘箱中干燥至恒量的工作基准试剂重铬酸钾(相对分子质量 294.186),置于 300 mL 烧杯中,以水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.2.4 二苯胺磺酸钠指示剂溶液(4 g/L)。

5.3 试样

将样品加工成不大于 1 mm 的碎屑。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

称取质量(m)为 0.50 g 试样(5.3),精确至 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 测定

5.4.3.1 将试料(5.4.1)置于 400 mL 烧杯中,加 15 mL 氟化铵溶液(5.2.1)、30 mL 硫酸-磷酸混合酸(5.2.2),加热至试料完全溶解,冷却。

5.4.3.2 当铁质量分数为 3.50%~40.00%时,将样品溶液(5.4.3.1)用滤纸(或脱脂棉)过滤于 500 mL 锥形烧杯中,洗涤沉淀 6 次~7 次,稀释样品溶液至约 150 mL。当铁的质量分数为 >40.00%~65.00% 时,将样品溶液(5.4.3.1)用滤纸(或脱脂棉)过滤于 250 mL 容量瓶(V_2)中,洗涤沉淀 6 次~7 次,以水稀释至刻度,混匀。分取体积(V_3)为 50.00 mL 样品溶液于 500 mL 锥形烧杯中,加入 15 mL 硫酸-磷酸混合酸(5.2.2),稀释至约 150 mL。

5.4.3.3 加 2 滴~4 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(5.2.4),用重铬酸钾标准滴定溶液(5.2.3)滴定至溶液呈稳定的紫色,即为终点。记录消耗重铬酸钾标准滴定溶液(5.2.3)的体积(V)。

5.5 试验数据的处理

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,按式(2)计算:

$$w_{Fe} = \frac{cV \times 55.84 \times 6V_2}{mV_3 \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——滴定消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 55.84——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- V_2 ——样品溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样量,单位为克(g);
- V_3 ——分取样品溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示至小数点后两位。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次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

$w_{Fe}/\%$	5.10	10.20	59.30
$r/\%$	0.11	0.16	0.60

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,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外延法求得。

表 5

$w_{Fe}/\%$	5.10	10.20	59.30
$R/\%$	0.27	0.41	1.64

6 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 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。

