



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.1—2004
代替GB/T 12689.1—1990
GB/T 12689.13—1990
GB/T 12689.14—1990

锌及锌合金化学分析方法 铝量的测定 铬天青 S-聚乙二醇 辛基苯基醚-溴化十六烷基吡啶 分光光度法、CAS 分光光度法和 EDTA 滴定法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys—
The determination of aluminum content—
The chromazurol S-polyethylene glycol octyl
phenylether-cetylpyridine bromine spectrophotometric
method and the chromeazurol S spectrophotometric
method and the EDTA titrimetric method

2004-04-30 发布

2004-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 1 部分。

本部分采用三种化学分析方法测定锌及锌合金中的铝量。方法 1 是对 GB/T 12689.13—1990《锌及锌合金化学分析方法 电热原子吸收光谱法测定铝量》的修订。方法 2 是对 GB/T 12689.14—1990《锌及锌合金化学分析方法 锆天青 S 分光光度法测定铝量》的修订。方法 3 是对 GB/T 12689.1—1990《锌及锌合金化学分析方法 EDTA 滴定法测定铝量》的修订,修改采用了 ISO 1169—1975《锌合金铝量的测定—容量法》,只对文本格式进行了修改。

本部分与 GB/T 12689.13~14—1990 和 GB/T 12689.1—1990 相比,主要有如下变动:

- 对文本格式进行了修改,补充了精密度与质量保证和控制条款;
- 方法 1 改变了测定方法,由电热原子吸收光谱法,修改为: CAS-OP-CPB 分光光度法,测定范围由 0.000 5%~0.5% 修改为 0.000 3%~0.010%。
- 方法 2 改变了测定方法,测定范围由 0.001%~0.5% 修改为 0.010%~0.500%。
- 方法 3 选择称大样具有代表性,称取 5 g 试样;加盐酸羟胺破坏过氧化氢;只采用二甲酚橙作指示剂;增大 EDTA 溶液浓度;增大锌标准滴定溶液浓度。

本部分代替 GB/T 12689.13—12689.14—1990 和 GB/T 12689.1—1990。

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归口。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分方法 1 由株洲冶炼集团公司起草。

本部分方法 1 由白银公司西北铅锌冶炼厂、葫芦岛有色集团公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、水口山有色金属公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:黎益群、向德磊、陶明。

本部分方法 1 主要验证人:郭月芳、戴瑶、卓毓瑞、谢丽。

本部分方法 2 由株洲冶炼集团公司起草。

本部分方法 2 由白银公司西北铅锌冶炼厂、葫芦岛有色集团公司、水口山有色金属公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂参加起草。

本部分方法 2 主要起草人:钟勇、向德磊、郭月芳。

本部分方法 2 主要验证人:石镇泰、崔安芳、胡桂英、卓毓瑞。

本部分方法 3 由葫芦岛有色集团公司起草。

本部分方法 3 由株洲冶炼集团公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、白银公司西北铅锌冶炼厂、水口山有色金属公司参加起草。

本部分方法 3 主要起草人:李遵义、周伟。

本部分方法 3 主要验证人:黎益群、涂小红、郭月芳、张爱珍。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 12689.13~14—1990、GB/T 12689.1—1990。

锌及锌合金化学分析方法

铝量的测定 铬天青 S-聚乙二醇 辛基苯基醚-溴化十六烷基吡啶 分光光度法、CAS 分光光度法和 EDTA 滴定法

方法 1 铬天青 S-聚乙二醇辛基苯基醚-溴化十六烷基吡啶分光光度法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中铝含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中铝含量的测定。测定范围：0.000 3%~0.010%。

2 方法原理

试剂用盐酸-过氧化氢溶解，在微酸性介质中，铝与铬天青 S(CAS)、聚乙二醇辛基苯基醚(OP)、溴化十六烷基吡啶(CPB)生成有色胶束络合物，于分光光度计波长 620 nm 处测量吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 基体锌(锌 \geq 99.999%，铝 \leq 0.000 1%)。

3.1.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.1.3 过氧化氢(30%)。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+19)。

3.2.2 乙酸钠溶液(300 g/L)。

3.2.3 硫脲溶液(100 g/L)。

3.2.4 抗坏血酸(100 g/L)；用时现配。

3.2.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L)；用时现配。

3.2.6 铬天青 S(CAS)溶液(0.67 g/L)：称取 0.30 g 铬天青 S 溶于 30 mL 无水乙醇中，用水稀释至 450 mL。显色溶液的摩尔吸光系数(ϵ)应大于 $5.0 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

3.2.7 聚乙二醇辛基苯基醚(OP)溶液(2+998)。

3.2.8 溴化十六烷基吡啶(CPB)溶液(0.050 g/L)：称取 0.050 g 溴化十六烷基吡啶溶解于 50 mL 无水乙醇中，用水稀释至 1 000 mL。

3.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：称取无水乙酸钠 300 g 溶于 500 mL 水中，加入 36 mL 冰乙酸，调节溶液的 pH 值为 6.0~6.4(用 pH 计测量)，用水稀释至 1 000 mL。

3.2.10 锌基体溶液(0.020 g/mL)：称取 10.000 g 基体锌(3.1.1)于 300 mL 烧杯中，盖上表皿，分次加入 30 mL 盐酸(3.1.2)，1 mL~2 mL 过氧化氢(3.1.3)，低温加热至溶解完全，煮沸冒大气泡 2 min~3 min。取下稍冷，补加盐酸(3.1.2)至 50 mL，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.3 标准溶液

3.3.1 铝标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属铝($w(\text{Al}) \geq 99.99\%$)于 3 00mL 烧杯中，加入 50 mL 盐