



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.20—2008
代替 GB/T 6987.20—2001

GB/T 20975.20—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 20: Determination of gallium content—
Butyrodamine B spectrophotometric method

中华人民共和国
国家标准
铝及铝合金化学分析方法
第 20 部分：镓含量的测定
丁基罗丹明 B 分光光度法
GB/T 20975.20—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*
书号：155066·1-31671 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 20975.20—2008

2008-03-31 发布

2008-09-01 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

6.3 空白试验

随同试料做试剂空白。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于150 mL烧杯中,盖上表皿,加入20 mL盐酸(3.4),待剧烈反应停止后,滴加2滴~3滴过氧化氢(3.1),加热至完全溶解,冷却,用盐酸(3.4)将试液移入100 mL容量瓶中,以盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表1移取试液(6.4.1)于干燥的125 mL的分液漏斗中。

表 1

镓的质量分数/%	移取试液(6.4.1)体积/mL	补加盐酸(3.4)体积/mL
0.005~0.025	10.00	0
>0.025~0.050	5.00	5.0

6.4.3 加入0.5 mL三氯化钛溶液(3.3),混匀。放置3 min~4 min。加入1 mL丁基罗丹明B溶液(3.5),混匀。加入10.00 mL苯(3.2),振荡1 min,静置分层后,弃去水相,将有机相移入离心管中离心分离。

6.4.4 将部分试液有机相(6.4.3)和随同试料所做的空白试验溶液有机相(6.3)分别移入1 cm吸收池中,以苯(3.2)作参比,于分光光度计波长565 nm处测量其吸光度。用试液有机相的吸光度减去空白试验溶液有机相的吸光度后,从工作曲线上查出相应的镓量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL镓标准溶液(3.8)于一组干燥的125 mL的分液漏斗中,依次加入10.0 mL、9.0 mL、8.0 mL、7.0 mL、6.0 mL、5.0 mL盐酸(3.4),以下按照6.4.3进行。

6.5.2 将部分有机相(6.5.1)移入1 cm吸收池中,以苯(3.2)为参比,于分光光度计波长565 nm处测量其吸光度。以镓量为横坐标,吸光度(减去试剂空白溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算镓的质量分数(%):

$$w(\text{Ga}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从工作曲线上查得的镓量,单位为微克(μg);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——移取试液的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 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)按以下数据采用线性内插法求得:

镓的质量分数/%:	0.005 2	0.015 6	0.025 2	0.040 5
重复性限 r / %:	0.000 80	0.001 2	0.001 7	0.002 0

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号GB/T 6987改为GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为25个部分:

- 第1部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第2部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第3部分:铜含量的测定;
- 第4部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第5部分:硅含量的测定;
- 第6部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第7部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法;
- 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 火焰原子吸收光谱法;
- 第12部分:钛含量的测定;
- 第13部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胺分光光度法;
- 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:铈含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 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 火焰原子吸收光谱法;
- 第22部分:铍含量的测定 依来铬氰兰R分光光度法;
- 第23部分:铋含量的测定 碘化钾分光光度法;
- 第24部分:稀土总含量的测定;
- 第25部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第20部分。

本部分代替GB/T 6987.20—2001《铝及铝合金化学分析方法 丁基罗丹明B分光光度法测定镓量》。

本部分与GB/T 6987.20—2001相比主要变化如下:

- 增加了“8.1 重复性”条款;
- 增加了“9 质量保证与控制”条款。

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。

本部分由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分主要起草人:张树朝、张晓春、张爱芬、马慧霞、席欢、马存真、范顺科。
本部分所代替标准的历次版本发布情况为:
——GB/T 6987.20—1986、GB/T 6987.20—2001。

铝及铝合金化学分析方法 第 20 部分:镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中镓含量的测定方法。
本部分适用于铝及铝合金中镓含量的测定。测定范围:0.005%~0.050%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解,用三氯化钛还原三价铁,在 6 mol/L 盐酸介质中,用苯萃取 GaCl_4^- 与丁基罗丹明 B 生成的紫红色络合物,于分光光度计波长 565 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

- 3.1 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。
- 3.2 苯。
- 3.3 三氯化钛溶液(15%~20%)。
- 3.4 盐酸[$c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$]:移取 500 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.5 丁基罗丹明 B 溶液(4 g/L):称取 0.40 g 丁基罗丹明 B 置于烧杯中,加入盐酸(3.4)溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.4)稀释至刻度,混匀。
- 3.6 镓标准贮存溶液:称取 0.268 8 g 预先经 800℃灼烧 1 h 的三氧化二镓于 100 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 盐酸(3.4),于水浴上加热至完全溶解,冷却,用盐酸(3.4)将溶液移入 200 mL 容量瓶中并以盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镓。
- 3.7 镓标准溶液:移取 10.00 mL 镓标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,以盐酸溶液(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.10 mg 镓。
- 3.8 镓标准溶液:移取 10.00 mL 镓标准溶液(3.7)于 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸溶液(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 μg 镓(用时现配)。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.20 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。