



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.1—2010
代替 GB/T 12689.1—2004

锌及锌合金化学分析方法 第 1 部分：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

Methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys—
Part 1: Determination of aluminum content—Chromazurol S-polyethylene
glycol octyl phenylether-cetylpyridine bromine spectrophotometry,
Chromeazurol S spectrophotometric method and EDTA titrimetry

(ISO 1169:2006(E), Zinc alloys—Determination of aluminum content—
Titrimetric method, MOD)

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

GB/T 12689—2010《锌及锌合金化学分析方法》分为 13 个部分：

- 第 1 部分：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；
- 第 2 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法、火焰原子吸收光谱法和电解法；
- 第 5 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铅量的测定 示波极谱法；
- 第 7 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 9 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡量的测定 苯芴酮-溴化十六烷基三甲胺分光光度法；
- 第 11 部分：镧、铈含量的测定 三溴偶氮胂分光光度法；
- 第 12 部分：铅、镉、铁、铜、锡、铝、砷、锑、镁、镧、铈量的测定 电感耦合等离子体 发射光谱法；
- 第 13 部分：光电发射光谱法。

本部分为第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分采用三种化学分析方法测定锌及锌合金中的铝量。其中方法 3 修改采用 ISO 1169:2006 (E)《锌合金铝量的测定——滴定法》(英文版),在主要技术内容上与 ISO 1169:2006(E)相同,编写结构不完全对应,在附录 A 中列出了本部分章条编号与 ISO 1169:2006(E)章条编号的对照一览表,在附录 B 中列出了本部分与 ISO 1169:2006 (E)的技术性差异及其原因一览表。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。

本部分代替 GB/T 12689.1—2004《锌及锌合金化学分析方法 铝量的测定》,本部分与原标准相比,主要变化如下：

- 对方法 1 和方法 2 的文本格式及文字进行了修改；
- 方法 3:分析范围的上限由 13%扩展到 30%；
- 增加了提示性条款；
- 增加了试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分方法 1 起草单位：株洲冶炼集团有限公司。

本部分方法 1 参加起草单位：白银公司西北铅锌冶炼厂、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、水口山有色金属集团有限公司。

本部分方法 1 主要起草人：黎益群、向德磊、陶明、郭月芳、戴瑶、卓毓瑞、谢丽。

本部分方法 2 起草单位：株洲冶炼集团有限公司。

本部分方法 2 参加起草单位:白银公司西北铅锌冶炼厂、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、水口山有色金属集团有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

本部分方法 2 主要起草人:钟勇、向德磊、郭月芳、石镇泰、崔安芳、胡桂英、卓毓瑞。

本部分方法 3 起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 3 参加起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、河南豫光金铅股份有限公司、陕西东岭冶炼有限公司。

本部分方法 3 主要起草人:刘丽敏、李遵义、赵丹、姜晴、何宗蒲、张泽儒、周伟、周文英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12689.1—2004;

——GB/T 12689.1—1990、GB/T 12689.13~12689.14—1990;

——GB 473—1976。

锌及锌合金化学分析方法

第 1 部分: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

1 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

1.1 范围

本方法规定了锌及锌合金中铝量的测定方法。

本方法适用于锌及锌合金中铝量的测定。测定范围:0.000 3%~0.010%。

1.2 方法原理

试料用盐酸-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。

1.3 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蒸馏水或相当纯度的水。

1.3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

1.3.2 过氧化氢(30%)。

1.3.3 盐酸(1+19)。

1.3.4 乙酸钠溶液(300 g/L)。

1.3.5 硫脲溶液(100 g/L)。

1.3.6 抗坏血酸(100 g/L):用时现配。

1.3.7 盐酸羟胺溶液(100 g/L):用时现配。

1.3.8 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 $5.0 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

1.3.9 聚乙二醇辛基苯基醚(OP)溶液(2+998)。

1.3.10 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。

1.3.11 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。

1.3.12 锌基体溶液(0.020 g/mL):称取 10.00 g 金属锌($w_{\text{Zn}} \geq 99.999\%$ 且 $w_{\text{Al}} \leq 0.000 1\%$)于 300 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入 30 mL 盐酸(1.3.1),1 mL~2 mL 过氧化氢(1.3.2),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)至 50 mL,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

1.3.13 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸