



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.21—2008
代替 GB/T 6987.21—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 21 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 21: Determination of calcium content—
Flame atomic absorption spectrometric method

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 发布
中国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》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:锶含量的测定 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 依莱铬氰兰 R 分光光度法;
- 第 23 部分:铈含量的测定 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 21 部分。

本部分代替 GB/T 6987.21—2001《铝及铝合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钙量》。

本部分与 GB/T 6987.21—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:北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人:张文、刘英、童坚、刘兵、席欢、葛立新、朱玉华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6987.21—1986、GB/T 6987.21—2001。

铝及铝合金化学分析方法

第 21 部分:钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中钙含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中钙含量的测定。测定范围:0.01%~0.30%。

2 方法提要

试料用氢氧化钠溶液溶解,在盐酸介质中,以镧盐作释放剂,8-羟基喹啉作保护剂,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,以一氧化二氮-乙炔富燃性火焰进行钙含量的测定。

3 试剂

3.1 铝($\geq 99.99\%$,不含钙)。

3.2 氢氧化钠(优级纯)溶液(200 g/L)。

3.3 盐酸(蒸馏提纯)。

3.4 镧盐溶液:称取 25 g 氧化镧,置于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.3),微热溶解,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.5 8-羟基喹啉溶液:称取 25 g 的 8-羟基喹啉,置于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.3),微热溶解,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.6 铝溶液(5 mg/mL):称取 2.5 g 铝(3.1),置于 250 mL 银烧杯中,盖上银表皿,加入 25 mL 氢氧化钠(3.2)溶液,待剧烈反应停止后,置于电炉上加热片刻,冷却,将溶液倒入摇动的盛有 150 mL 盐酸(3.3)的 250 mL 锥形烧杯中,沿银烧杯壁加入 50 mL 盐酸(3.3)溶解残余的盐类,合并于锥形烧杯中,将溶液移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.7 钙标准溶液:称取 0.249 7 g 预先于 105℃ 烘干的碳酸钙,置于 300 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 水,逐滴加入盐酸(3.3)至完全溶解并过量 20 mL,煮沸驱除二氧化碳,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 0.1 mg 钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪,配备一氧化二氮-乙炔火焰用燃烧器,钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指示者均可使用:

——灵敏度:在与测量试料溶液的基体一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.15 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零浓度溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

GB/T 20975.21—2008

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

钙量/%	试料量/g	移取试液体积	工作曲线中加入 铝溶液(3.6)体积
		mL	
<0.10	0.200 0	25.00	10.0
0.10~0.20	0.100 0		5.0
0.20~0.30		10.00	2.0

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

称取与试料相同量的铝(3.1)代替试料(6.1),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 银烧杯中,盖上银表皿,加入 5.0 mL 氢氧化钠溶液(3.2),缓慢加热使其分解,稍冷,沿杯壁吹入少量水,微热使熔块溶解,冷却至室温。

6.4.2 将试液(6.4.1)移入摇动的盛有 15 mL 盐酸(3.3)的 250 mL 锥形瓶中,沿烧杯杯壁加入 5 mL 盐酸(3.3)溶解残存的盐类,合并于锥形烧杯中。

6.4.3 将试液(6.4.2)移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 按表 1 移取试液(6.4.3)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 镧盐溶液(3.4),1 mL 8-羟基喹啉溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。

6.4.5 将随同试料所作的空白试验溶液(6.3)及试液(6.4.4)于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,用一氧化二氮-乙炔富燃性火焰,以水调零,测量钙的吸光度。从工作曲线上查出相应的钙量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.0 mL 钙标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,按表 1 加入铝溶液(3.6)及 2.0 mL 镧盐溶液(3.4),1.0 mL 8-羟基喹啉溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 将系列标准溶液(6.5.1)于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,用一氧化二氮-乙炔富燃性火焰,以水调零,以钙量为横坐标,以测量系列标准溶液和补偿溶液(不加钙标准溶液者)的吸光度(减去补偿溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算钙的质量分数(%):

$$w(\text{Ca}) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_2 ——自工作曲线查得试样溶液的钙量,单位为克(g);

m_1 ——自工作曲线查得随同试样所做的空白试验溶液的钙量,单位为克(g);

m_0 ——移取的试液相当于试样量,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)按以下数据采用线性内插法求得。

钙的质量分数/%:	0.012	0.074	0.134	0.318
重复性限 r /%:	0.002	0.007	0.009	0.013

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

钙质量分数/%	允许差/%
0.010~0.050	0.003
>0.05~0.10	0.01
>0.10~0.30	0.02

9 质量控制与保证

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝及铝合金化学分析方法
第 21 部分：钙含量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 20975.21—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

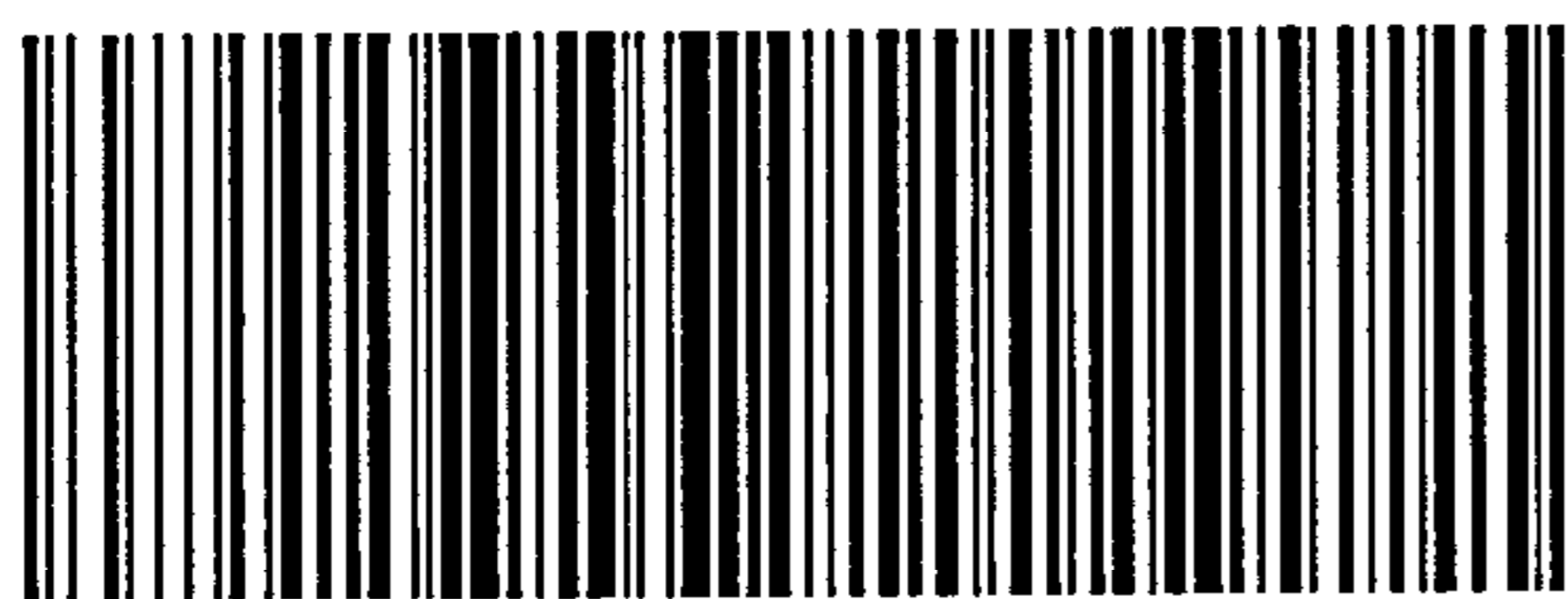
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*

书号：155066·1-31672

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 20975.21-2008