

中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.11—2008
代替 GB/T 6987.11—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 11 部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 11: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometric method

(ISO 4192: 1981, Aluminium and aluminium alloys—
Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometric method, MOD)

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



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝及铝合金化学分析方法
第 11 部分:铅含量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 20975.11—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 11 千字
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31662

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

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: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 11 部分。对应于 ISO 4192:1981《铝及铝合金——铅含量的测定——火焰原子吸收光谱法》,一致性程度为修改采用。主要差异如下:

- “测定范围:0.01%~1.5%”修改为“测定范围:0.005%~1.50%”;
- “6.2 测定次数 独立地进行两次测定,取其平均值”。

为方便起见,在资料性附录 A 中列出了本部分章条和 ISO 4192:1981 章条的对照表。

本部分代替 GB/T 6987.11—2001《铝及铝合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铅量》。

本部分与 GB/T 6987.11—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。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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：张炜华、陈静、张树朝、马文民、席欢、马存真、朱玉华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.11—1986、GB/T 6987.11—2001。



铝及铝合金化学分析方法

第 11 部分:铅含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中铅含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中铅含量的测定。测定范围:0.005%~1.50%。

2 方法提要

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解,于原子吸收光谱仪波长 217.0 nm 处或 283.3 nm 处,以空气-乙炔贫燃性火焰进行铅量的测定。

3 试剂

3.1 铝(99.99%,不含铅)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.5 盐酸-硝酸混合酸:移取 375 mL 盐酸(3.3)和 125 mL 硝酸(3.2),加入 500 mL 水,混匀。

3.6 铝溶液(20 mg/mL):称取 10.00 g 经酸洗的铝(3.1)置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 200 mL 的盐酸-硝酸混合酸(3.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,煮沸驱除氮氧化物,将溶液蒸发至约 100 mL,冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.7 铅标准贮存溶液(称取 1.000 0 g 铅(\geq 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 硝酸(3.2),缓慢加热至完全溶解,煮沸数分钟,驱除氮氧化物,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。

3.8 铅标准溶液:移取 100.00 mL 铅标准贮存溶液(3.7)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.10 mg 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。

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,铅的特征浓度应不大于 0.5 μ 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。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.00 g 试样,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。

6.3 空白试验

称取 0.500 0 g 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 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 20 mL 盐酸-硝酸混合酸(3.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至试料完全溶解,蒸发至溶液体积 10 mL,冷却。加入 25 mL 水,加热煮沸使盐类完全溶解,冷却。

6.4.2 如有不溶物,过滤,洗涤。将残渣连同滤纸置于铂坩锅中,灰化(勿使滤纸燃烧),在约 550℃ 灼烧,冷却。加入 5 mL 氢氟酸(3.4),并逐滴加硝酸(3.2)至溶液清亮,加热蒸发至干,在 700℃ 灼烧数分钟,冷却。用尽量少的硝酸(3.2)溶解残渣(必要时过滤)。将此溶液合并于原滤液中。

6.4.3 根据试样中铅的质量分数分别按下述方法处理:

铅的质量分数在 0.005%~0.10% 时,将试液(6.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

铅的质量分数在 0.10%~1.50% 时,将试液(6.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入 500 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 将随同试样所作的空白试验溶液(6.3)及根据试样中铅的质量分数而制备的试液(6.4.3)于原子吸收光谱仪波长 217.0 nm 处或 283.3 nm 处,以空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量铅的吸光度。从工作曲线上查出相应的铅量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 系列标准溶液的制备

铅含量在 0.005%~0.10% 时:移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 铅标准溶液(3.8),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 50.00 mL 铝溶液(3.6)和 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

铅含量在 0.10%~1.50% 时:移取 0 mL、2.00 mL、6.00 mL、10.00 mL 铅标准溶液(3.8)及 1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 铅标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10.00 mL 铝溶液(3.6)和 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 测量

将系列标准溶液于原子吸收光谱仪波长 217.0 nm 或 283.3 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量系列标准溶液和零浓度标准溶液的吸光度。以铅量为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铅的质量分数(%):

$$\omega(\text{Pb}) = \frac{(m_1 - m_2) \times R}{m_0 \times 10^3} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得的试样溶液的铅量，单位为毫克(mg)；

m_2 ——自工作曲线上查得的随同试样所作的空白试验溶液的铅量，单位为毫克(mg)；

m_0 ——试样的质量，单位为克(g)；

R ——稀释系数，6.4.3中两种情况的 R 值分别为1和5。

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。

铅的质量分数/%： 0.009 1 0.042 5 0.102 1.232

重复性限 r /%： 0.001 0 0.002 5 0.007 0 0.023

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

铅的质量分数/%	允许差/%
0.005~0.010	0.002
>0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.250~0.500	0.020
>0.50~1.00	0.030
>1.00~1.50	0.035

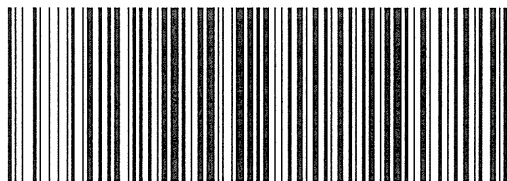
9 质量控制与保证

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。

附 录 A
(资料性附录)

表 A.1 本部分章条编号和 ISO 4192:1981 章条编号对照

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	2
3	3
3.1	3.1
3.2	3.2
3.3	—
3.4	3.4
3.5	3.3
3.6	3.5
3.7	3.6
3.8	3.7
4	4.2 和 4.5
5	5.2
6	6
6.1	6.1
6.2	—
6.3	6.3.2
6.4	6.3
6.4.1 和 6.4.2	6.3.1
6.4.3	6.3.1.1 和 6.3.1.2、6.3.1.3、6.3.1.4
6.4.4	6.3.3
6.5	6.2
6.5.1	6.2.1
6.5.2	6.2.2 和 6.2.3
7	7
8	—
8.1 和 8.2	—
9	—



GB/T 20975.11—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31662