



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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 苯甲酰苯胍分光光度法;
- 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:铍含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 18 部分:铬含量的测定;
- 第 19 部分:锆含量的测定;
- 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:锑含量的测定 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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。