



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.1—2007

铝及铝合金化学分析方法 第1部分：汞含量的测定 冷原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of aluminium and aluminium alloys—
Part 1: Determination of mercury content—
Cold atomic absorption spectrometric method

2007-04-30 发布

2007-11-01 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—2007《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 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 新亚铜灵分光光度法、火焰原子吸收光谱法
- 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 钼蓝分光光度法、重量法
- 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 火焰原子吸收光谱法、EDTA 滴定法
- 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 苯基荧光酮分光光度法
- 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 二安替吡啉甲烷分光光度法、过氧化氢分光光度法
- 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 丁二酮肟分光光度法、火焰原子吸收光谱法
- 第 15 部分：硼含量的测定 离子选择电极法
- 第 16 部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法、CDTA 滴定法
- 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 萃取分离-二苯基碳酰二肼光度法、火焰原子吸收光谱法
- 第 19 部分：钴含量的测定 二甲酚橙分光光度法
- 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 三溴偶氮胂分光光度法、草酸盐重量法
- 第 25 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为 GB/T 20975 的第 1 部分。

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并负责解释。

本部分由广州有色金属研究院负责起草。

本部分由国家重有色金属质量监督检验中心、湖南株冶火炬金属股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：刘天平、戴凤英、麦丽碧、张永进、陈殿耿、严伟强、袁玉霞、张威。

铝及铝合金化学分析方法

第1部分:汞含量的测定

冷原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了纯铝中汞含量的测定方法。

本部分适用于纯铝中汞含量的测定,测定范围:0.000 1%~0.010%。

2 方法提要

试料以盐酸-硝酸混合酸溶解,用氯化亚锡将溶液中的二价汞还原成金属汞,在冷原子吸收测汞仪上于波长 253.7 nm 处测量汞蒸气的吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL):优级纯。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL):优级纯。

3.3 混合酸:硝酸(3.1)、盐酸(3.2)、水,以 1+3+4 体积比例混合。

3.4 重铬酸钾溶液(25 g/L)。

3.5 硝酸-重铬酸钾溶液:称取 0.5 g 重铬酸钾,用水溶解后加入 50 mL 硝酸(3.1),移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.6 氯化亚锡溶液(200 g/L):称取 20 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 20 mL 盐酸(3.2),移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.7 汞标准贮存溶液:称取 0.135 4 g 预先经硅胶干燥器充分干燥过的二氯化汞($w(\text{HgCl}_2) \geq 99.95\%$),加入 5 mL 硝酸(3.1)及少量水,微热溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 汞。

3.8 汞标准溶液:移取 10.00 mL 汞标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 汞。

3.9 汞标准溶液:移取 2.00 mL 汞标准溶液(3.8)于 200 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 μg 汞。

4 仪器

冷原子吸收测汞仪。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

汞的质量分数/%	试料质量/g	定容体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 1~0.000 5	0.5	50	10.00
>0.000 5~0.002	0.2	50	5.00
>0.002~0.005	0.1	50	5.00
>0.005~0.010	0.1	50	2.00

6.2 测定次数

独立进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 称取试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 15 mL 混合酸(3.3),盖上表皿,待剧烈反应停止后移至低温电炉上加热,使试样完全溶解,继续加热驱除氮的氧化物,取下,冷却。加入 0.5 mL 重铬酸钾溶液(3.4),摇匀,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 根据试料中汞含量,按表 1 分取试液于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 混合酸(3.3),再加入 0.5 mL 重铬酸钾溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 移取 10.0 mL 试液(6.4.2)放入汞还原瓶中,加入 1.0 mL 氯化亚锡溶液(3.6),迅速盖上还原瓶磨口塞,接通测汞仪气路,测量吸光度,记录最大显示值(每次测定前仪器均应调零)。试液吸光度减去随同试料所作的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的汞浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL,0.50 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL 汞标准溶液(3.9),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 混合酸(3.3),然后加入 0.5 mL 重铬酸钾溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 移取 10.0 mL 系列标准溶液(6.5.1)放入汞还原瓶中,加入 1.0 mL 氯化亚锡溶液(3.6),迅速盖上还原瓶磨口塞,接通测汞仪气路,与试料相同测量条件下测量吸光度,记录最大显示值(每次测定前仪器均应调零)。以汞浓度为横坐标,以标准溶液的吸光度减去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

按公式(1)计算汞的质量分数 $w(\text{Hg})(\%)$:

$$w(\text{Hg}) = \frac{c \times V_0 \times V_2 \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c ——自工作曲线上查得汞的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V_0 ——定容体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,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)按表2中数据采用线性内插法求得:

表 2

汞的质量分数/%	重复性限/%
0.000 8	0.000 10
0.002 5	0.000 18
0.006 0	0.000 24

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

汞的质量分数/%	允许差/%
0.000 1~0.000 5	0.000 05
>0.000 5~0.002 0	0.000 2
>0.002 0~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.010	0.001

9 质量控制

在分析时,应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1部分:汞含量的测定
冷原子吸收光谱法
GB/T 20975.1—2007

*

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
2007年9月第一版 2007年9月第一次印刷

*

书号:155066·1-29854 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 20975.1—2007