

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钙量

GB/T 223.77—94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The flame atomic absorption spectrometric  
method for the determination of calcium content

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定钙量。

本标准适用于铸铁、碳钢、合金钢及高温合金中钙量的测定。测定范围：0.000 5%~0.010%。

### 2 方法提要

试样以盐酸、硝酸溶解，加入二氯化锶作为干扰抑制剂，将试样溶液喷入氧化亚氮-乙炔火焰中，用钙空心阴极灯作光源，于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处，测量其吸光度。

### 3 试剂

本标准中所使用的水全部为二次蒸馏水；所使用的试剂全部为优级纯试剂，都应仔细检查含钙量。

3.1 高纯铁(含钙量<0.000 1%)。

3.2 高纯镍(含钙量<0.000 1%)。

3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+2)。

3.6 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

3.7 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。

3.8 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.9 二氯化锶溶液(20 mgSr/mL)：称取 61.50 g 二氯化锶( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )，用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度、混匀。

#### 3.10 钙标准溶液

##### 3.10.1 储备液

称取 0.249 7 g 已在 110℃ 烘 1 h 并在干燥器中冷却到室温的碳酸钙，置于 300 mL 烧杯中，加入 5 mL 盐酸(3.3)溶解，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  钙。

##### 3.10.2 标准液

移取 10.00 mL 储备液(3.10.1)，于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(1+9)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10.0  $\mu\text{g}$  钙。使用前配制。

## 4 仪器

原子吸收光谱仪,备有氧化亚氮-乙炔火焰燃烧器,钙空心阴极灯。氧化亚氮气体和乙炔气体要足够纯净,不含水分、油和钙,能够提供稳定、清亮的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标:

### 4.1 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液,测量10次吸光度,计算其吸光度平均值和标准偏差,此标准偏差不应超过该吸光度平均值的1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液)测量10次吸光度,计算其吸光度的平均值和标准偏差,此标准偏差不应超过最高校准溶液吸光度平均值的0.5%。

### 4.2 特征浓度

在与最终实验溶液基体一致的溶液中,其特征浓度要优于0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 4.3 检出限

本标准钙的检出限要优于0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 4.4 校准曲线的线性

校准曲线上端20%浓度范围内的斜率(表示为吸光度的变化量)与下端20%浓度范围内斜率的比值不应小于0.7。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样量

称取试样2.000 g。

### 5.2 测定数量

称取两份试样进行测定,取其平均值。

### 5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

### 5.4 测定

#### 5.4.1 试液制备

将试样(5.1)置于100 mL石英烧杯中,加入20 mL盐酸(3.3),加热溶解到反应停止,加入5 mL硝酸(3.8),样品溶解完全后继续加热煮沸5 min,赶尽氧化氮,取下稍冷,加入20 mL水溶解盐类。冷却,将溶液移入100 mL容量瓶中,加入10 mL二氯化锶溶液(3.9),用水稀释至刻度,混匀。

#### 5.4.2 校准溶液的配制

称取与试样同样量的纯铁(3.1)或纯镍(3.2)8份,分别置于100 mL石英烧杯中,加入0.00、1.00、2.00、4.00、8.00、12.00、16.00、20.00 mL钙标准溶液(3.10.2),以下按照5.4.1操作进行。

#### 5.4.3 测量

5.4.3.1 将试样溶液在原子吸收光谱仪上,于波长422.7 nm处,以氧化亚氮-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。从校准曲线上查出钙的浓度。

5.4.3.2 校准曲线系列与试样空白溶液同时测定。以钙浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.4.3.3 试样溶液中含钙量超出校准曲线浓度范围时,采用稀释办法使钙量在最佳范围内,保持干扰抑制剂和基体量与校准曲线一致。

## 6 分析结果的计算

按下式计算钙的百分含量:

$$\text{Ca}(\%) = \frac{(c_2 - c_1) \cdot V}{m \times 10^6} \times 100$$

式中： $c_1$ ——从校准曲线上查得的随同试样的空白溶液中钙的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；  
 $c_2$ ——从校准曲线上查得的试样溶液中钙的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；  
 $V$ ——被测试样溶液的体积， $\text{mL}$ ；  
 $m$ ——试样量， $\text{g}$ 。

## 7 精密度

本标准的精密度是选择了6个水平由10个实验室共同实验的结果确定的。精密度见下表。

水平范围, % (m/m)	重复性 $r$	再现性 $R$
0.000 69~0.008 16	$r=0.000 267 2+0.010 17 m$	$\lg R=-2.747 9+0.177 2 \lg m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值，则认为这两个结果是可疑的。

### 附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。  
 本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。  
 本标准主要起草人于凤莲。

本标准水平等级标记 GB/T 223.77-94I