

原子吸收光谱分析方法

国家标准汇编

(1986 — 1991)

(下册)

山东省分析测试中心

山东省理化分析测试协会

一九九三年十月

铝及铝合金化学分析方法
原子吸收分光光度法测定镁量

UDC 669.71:669
.715:543.06

GB 6987.17-86

Methods for chemical analysis of aluminium
and aluminium alloys
The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of magnesium content

本标准适用于铝及铝合金中镁量的测定。测定范围：0.005~5.00%¹⁾。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准等效采用国际标准ISO 3256-1977《铝和铝合金——镁量的测定——原子吸收分光光度法》。

1 方法提要

试样以盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收分光光度计波长285.2nm处或279.6nm处，以一氧化二氮-乙炔（或在氯化铯存在下用空气-乙炔）贫燃性火焰进行镁量的测定。

2 试剂

2.1 铝（99.99%，不含镁）。 *zk604/26*

2.2 硝酸（ ρ 1.42g/ml）。

2.3 氢氟酸（ ρ 1.14g/ml）。

2.4 过氧化氢（ ρ 1.10g/ml）。

2.5 盐酸（1+1）。

2.6 硫酸（1+1）。

2.7 铝溶液（20mg/ml）：称取20.00g经酸洗的铝（2.1），置于1000ml烧杯中，盖上表面皿。分次加入总量为800ml盐酸（2.5），加1滴金属汞助溶，待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解。加入数滴过氧化氢（2.4），煮沸数分钟以分解过量的过氧化氢，冷却。将溶液移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.8 铝溶液（1mg/ml）：移取50.0ml铝溶液（2.7）于1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.9 氯化铯溶液（50mgSrCl₂/ml）：称取76g氯化铯（SrCl₂·6H₂O）于500ml烧杯中，加入400ml水溶解，移入500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。

注：若用一氧化二氮-乙炔火焰时，可不用此溶液。

2.10 镁标准贮存溶液：称取1.0000g镁（>99.95%），置于1000ml锥形烧杯中，加入200ml水和30ml盐酸（2.5），待完全溶解后，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.0mg镁。

采用说明：

1) 原国际标准为0.01~5.00%。

2.11 镁标准溶液: 移取 50.00ml 镁标准贮存溶液 (2.10) 于 1000ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 ml 含 0.05mg 镁。

3 仪器

原子吸收分光光度计, 附镁空心阴极灯。

4 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5 分析步骤

5.1 测定数量

独立地进行两次测定, 取其平均值。

5.2 试样量

称取 0.5000g 试样。

5.3 空白试验

称取 0.5000g 铝 (2.1), 代替试样 (5.2) 随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样 (5.2) 置于 250ml 烧杯中, 盖上表面皿, 加入 30~40ml 水, 分次加入总量为 20ml 盐酸 (2.5), 待剧烈反应停止后, 缓慢加热至试样完全溶解。加入适量的过氧化氢 (2.4), 煮沸 10min 以分解过量的过氧化氢, 冷却。

5.4.2 如有不溶物, 过滤, 洗涤。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中, 灰化 (勿使滤纸燃着), 然后于 550℃ 灼烧, 冷却。加入 2ml 硫酸 (2.6), 5ml 氢氟酸 (2.3), 并逐滴加入硝酸 (2.2) 至溶液清亮。加热蒸发至干, 于 700℃ 灼烧数分钟。冷却, 用尽量少的盐酸 (2.5) 溶解残渣 (必要时过滤), 将此试液合并于主滤液中。

5.4.3 根据试样中镁量分别按下述处理:

镁量在 0.005~0.050% 时, 将试液 (5.4.1) 或处理不溶物后合并的试液移入 250ml 容量瓶中, 仅当用空气-乙炔火焰时加入 20ml 氯化锶溶液 (2.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

镁量在 0.05~0.25% 时, 将试液 (5.4.1) 或处理不溶物后合并的试液移入 500ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。移取 100.0ml 此试液于 250ml 容量瓶中, 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5ml 氯化锶溶液 (2.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

镁量在 0.25~1.00% 时, 将试液 (5.4.1) 或处理不溶物后合并的试液移入 500ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。移取 25.00ml 此试液于 250ml 容量瓶中, 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5ml 氯化锶溶液 (2.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

镁量在 1.00~5.00% 时, 将试液 (5.4.1) 或处理不溶物后合并的试液移入 500ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。移取 5.00ml 此试液于 250ml 容量瓶中, 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5ml 氯化锶溶液 (2.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

5.4.4 将随同试样所做的空白试验溶液 (5.3) 及根据试样中镁量而制备的试液 (5.4.3) 于原子吸收分光光度计波长 285.2nm 处或 279.6nm 处, 用一氧化二氮-乙炔 (或空气-乙炔) 贫燃性火焰, 以水调零, 测量镁的吸光度。从工作曲线上查出相应的镁量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 标准溶液的制备

5.5.1.1 适用于 0.005~0.050% 镁量

移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml 镁标准溶液 (2.11) 分别置于一组 250ml 容量瓶中, 各加入 25.0ml 铝溶液 (2.7), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 20ml 氯化锶溶液 (2.9), 以水稀释至

刻度, 混匀。

5.5.1.2 适用于0.05~0.25%镁量

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml 镁标准溶液 (2.11) 分别置于一组 250ml 容量瓶中, 各加入 100ml 铝溶液 (2.8), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5ml 氯化锶溶液 (2.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

5.5.1.3 适用于0.25~1.00%镁量

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml 镁标准溶液 (2.11) 分别置于一组 250ml 容量瓶中, 各加入 25.0ml 的铝溶液 (2.8), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5ml 氯化锶溶液 (2.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

5.5.1.4 适用于1.00~5.00%镁量

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml 镁标准溶液 (2.11) 分别置于一组 250ml 容量瓶中, 各加入 5ml 铝溶液 (2.8), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5ml 氯化锶溶液 (2.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

5.5.2 将试液 (5.5.1) 于原子吸收分光光度计波长 285.2nm 处或 279.6nm 处, 用一氧化二氮-乙炔 (或空气-乙炔) 贫燃性火焰, 以水调零, 测量试液和补偿溶液 (不加镁标准溶液者) 的吸光度, 以镁量为横坐标, 吸光度 (减去补偿溶液的吸光度) 为纵坐标, 绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算镁的百分含量:

$$\text{Mg}(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \cdot R}{m_0} \times 100$$

式中: m_2 —— 自工作曲线上查得的镁量, g;

m_1 —— 自工作曲线上查得的随同试样所做的空白试验溶液的镁量, g;

m_0 —— 试样量, g;

R —— 试液稀释后的体积与绘制工作曲线的标准溶液稀释后的体积之比。5.4.3 中四种情况的 R 值分别为 1、5、20、100。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
镁 量	允 许 差	
0.005~0.010	0.0010	
>0.010~0.025	0.002	
>0.025~0.050	0.004	
>0.050~0.075	0.005	
>0.075~0.100	0.008	

续表

%

镁 量	允 许 差
>0.100~0.250	0.012
>0.250~0.500	0.018
>0.500~0.750	0.022
>0.750~1.000	0.030
>1.000~2.000	0.045
>2.00~3.00	0.06
>3.00~4.00	0.08
>4.00~5.00	0.12

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由东北轻合金加工厂负责起草。

本标准由本溪合金厂起草。

本标准主要起草人梁鸿智。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准YB 788-75《铝合金化学分析方法》及YB 776-70《铸造铝合金分析方法》作废。

铝及铝合金化学分析方法
原子吸收分光光度法测定铬量

UDC 669.71:669
.715:543.06

GB 6987.18-86
ISO 4193-1981

Methods for chemical analysis of aluminium
and aluminium alloys

The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of chromium content

本标准适用于铝及铝合金中铬量的测定。测定范围：0.003~0.60%（也适用于铬含量高至1.50%的铝合金）。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准等同采用国际标准ISO 4193-1981《铝和铝合金——铬的测定——火焰原子吸收光谱法》。

1 方法提要

试样用盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收分光光度计波长357.9nm处，以一氧化二氮-乙炔（或空气-乙炔）富燃性火焰中进行铬量的测定。

2 试剂

2.1 铝（99.99%，不含铬）。

2.2 硝酸（ ρ 1.42g/ml）。

2.3 氢氟酸（ ρ 1.14g/ml）。

2.4 过氧化氢（ ρ 1.10g/ml）。

2.5 盐酸（1+1）。

2.6 硫酸（1+1）。

2.7 铝溶液（20mg/ml）：称取20.00g经酸洗过的铝（2.1），置于1000ml烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为600ml的盐酸（2.5），加入1滴金属汞助溶。待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解。加入数滴过氧化氢（2.4），煮沸数分钟，分解过量的过氧化氢。冷却，将溶液移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.8 氯化镧溶液：称取100g氧化镧，置于500ml烧杯中，加入200ml盐酸（ ρ 1.19g/ml）溶解。移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注：用空气-乙炔火焰时，并非必需用氯化镧溶液消除铝对铬的影响。

2.9 铬标准溶液：称取预先于140℃烘干的1.414g重铬酸钾，置于400ml烧杯中，盖上表皿。用20ml水和10ml盐酸（2.5）溶解。滴加10ml过氧化氢（2.4），放置12~24h至溶液黄色完全消失。温热（不要煮沸）分解过量的过氧化氢，冷却。将溶液移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.5mg铬。

2.10 铬标准溶液：移取25.00ml铬标准溶液（2.9）于500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.025mg铬。

3 仪器

原子吸收分光光度计, 附铬空心阴极灯。

4 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5 分析步骤

5.1 测定数量

独立地进行两次测定, 取其平均值。

5.2 试样量

称取 1.000 g 试样。

5.3 空白试验

称取 1.000 g 铝 (2.1) 代替试样 (5.2), 随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样 (5.2) 置于 250 ml 烧杯中, 盖上表面皿, 加入 30~40 ml 水, 分次加入总量为 30 ml 的盐酸 (2.5), 待剧烈反应停止后, 缓慢加热至试样完全溶解, 滴加适量的过氧化氢 (2.4), 煮沸数分钟, 分解过量的过氧化氢, 冷却。

5.4.2 如有不溶物, 过滤, 洗涤, 将残渣连同滤纸置于铂坩锅中, 灰化 (勿使滤纸燃着), 在约 550℃ 灼烧, 冷却。加入 2 ml 硫酸 (2.6) 和 5 ml 氢氟酸 (2.3), 并滴加硝酸 (2.2) 至溶液清亮。加热蒸发至干, 在 700℃ 灼烧数分钟, 冷却。用尽量少的盐酸 (2.5) 溶解残渣 (必要时过滤), 合并于主滤液中。

5.4.3 根据试样中铬量分别按下述处理:

铬量在 0.003~0.20% 时, 将试液 (5.4.1) 或处理不溶物后合并的溶液移入 100 ml 容量瓶中 [若用空气-乙炔火焰测定并认为必需时, 加入 5 ml 氯化镉溶液 (2.8)], 以水稀释至刻度, 混匀。

铬量在 >0.20~0.60% 时, 将试液 (5.4.1) 或处理不溶物后合并的试液移入 100 ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。移取 10.00 ml 此试液于 100 ml 容量瓶中, 加入 45.0 ml 铝溶液 (2.7), [若用空气-乙炔火焰并认为必需时, 加入 5 ml 氯化镉溶液 (2.8)], 以水稀释至刻度, 混匀。

5.4.4 将随同试样所做的空白试验溶液 (5.3) 及根据试样中铬量而制备的试液 (5.4.3) 于原子吸收分光光度计波长 357.9 nm 处, 用一氧化二氮-乙炔 (或空气-乙炔) 富燃性火焰, 以水调零, 测量铬的吸光度。从工作曲线上查出相应的铬量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0、1.00、2.00、4.00、8.00、20.00 ml 铬标准溶液 (2.10) 和 2.00、3.00、4.00 ml 铬标准溶液 (2.9), 于 9 个 100 ml 容量瓶中, 各加入 50.0 ml 铝溶液 (2.7), [若用空气-乙炔火焰并认为必需时, 加入 5 ml 氯化镉溶液 (2.8)], 以水稀释至刻度, 混匀。

5.5.2 将溶液 (5.5.1) 于原子吸收分光光度计波长 357.9 nm 处, 用一氧化二氮-乙炔 (或空气-乙炔) 富燃性火焰, 以水调零, 测量试液和补偿溶液 (不加铬标准溶液者) 的吸光度。以铬量为横坐标, 吸光度 (减去补偿溶液的吸光度) 为纵坐标, 绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算铬的百分含量:

$$\text{Cr} (\%) = \frac{(m_2 - m_1) \cdot R}{m_0} \times 100$$

式中: m_2 —— 自工作曲线上查得的铬量, g;

m_1 —— 自工作曲线上查得的随同试样所做空白试验溶液的铬量, g;

m_0 —— 试样量, g;

R —— 试液稀释后的体积与绘制工作曲线的标准溶液的稀释后体积之比。5.4.3中两种情况的 R 值分别为 1 和 10。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%	
试 量		允 许 差	
0.0030~0.0100		0.0010	
>0.0100~0.0250		0.0025	
>0.0250~0.0500		0.0030	
>0.0500~0.0750		0.0035	
>0.075 ~0.100		0.006	
>0.100 ~0.250		0.008	
>0.250 ~0.600		0.015	

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由东北轻合金加工厂负责起草。

本标准由本溪合金厂起草。

本标准主要起草人梁鸿智。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部部标准 YB 788-75《铝合金化学分析方法》作废。

铝及铝合金化学分析方法
原子吸收分光光度法测定钙量

UDC 669.71:669
.715:543.66

GB 6987.21-86

Methods for chemical analysis of aluminium
and aluminium alloys
The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of calcium content

本标准适用于铝及铝合金中钙量的测定。测定范围：0.01~0.30%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用氢氧化钠溶解，在盐酸介质中，以镧盐作释放剂，8-羟基喹啉作保护剂，于原子吸收分光光度计波长422.7nm处，以一氧化二氮-乙炔富燃性火焰进行钙量的测定。

2 试剂

2.1 铝（99.99%，不含钙）。

2.2 氢氧化钠（高纯）溶液（40%）。

2.3 盐酸（蒸馏提纯）。

2.4 镧盐溶液：称取25g氧化镧，置于200ml烧杯中，加入30ml盐酸（2.3），微热溶解，冷却，移入500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.5 8-羟基喹啉溶液：称取25g 8-羟基喹啉，置于200ml烧杯中，加入30ml盐酸（2.3），微热溶解，冷却，移入500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.6 铝溶液（5mg/ml）：称取2.5g铝（2.1），置于250ml银烧杯中，盖上银表皿，加入25ml氢氧化钠溶液（2.2），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150ml盐酸（2.3）的250ml锥形烧杯中，沿银烧杯杯壁加入50ml盐酸（2.3）溶解残存的盐类，合并于锥形烧杯中，将溶液移入500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.7 钙标准溶液：称取0.2497g预先于105℃烘干的碳酸钙，置于300ml烧杯中，盖上表皿，加入10ml水，逐滴加入盐酸（2.3）至完全溶解并过量20ml，煮沸驱除二氧化碳，冷却，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg钙。

3 仪器

原子吸收分光光度计，配备一氧化二氮-乙炔火焰用燃烧器，钙空心阴极灯。

4 试样

厚度不大于1mm的碎屑。

5 分析步骤

5.1 测定数量

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

钙 量 %	试 样 量 g	移取试液体积	工作曲线中 加入铝溶液 (2.6) 体积
		ml	
<0.10	0.2000	25.00	10.0
0.10~0.20	0.1000		5.0
0.20~0.30		10.00	2.0

5.3 空白试验

称取与试样量相同的铝 (2.1) 代替试样 (5.2), 随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样 (5.2) 置于 250ml 银烧杯中, 盖上银表皿, 加入 2.5ml 氢氧化钠 (2.2), 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。

5.4.2 将试液 (5.4.1) 倒入摇动的盛有 15ml 盐酸 (2.3) 的 250ml 锥形烧杯中, 沿银烧杯杯壁加入 5 ml 盐酸 (2.3) 溶解残存的盐类, 合并于锥形烧杯中。

5.4.3 将试液 (5.4.2) 移入 100ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

5.4.4 按表 1 移取试液 (5.4.3) 于 100ml 容量瓶中, 加入 2.0ml 镉盐溶液 (2.4), 1.0ml 8-羟基喹啉溶液 (2.5), 以水稀释至刻度, 混匀。

5.4.5 将随同试样所做的空白试验溶液 (5.3) 及试液 (5.4.4) 于原子吸收分光光度计波长 422.7nm 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。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00ml 钙标准溶液 (2.7), 分别置于一组 100ml 容量瓶中, 按表 1 加入铝溶液 (2.6) 及 2.0ml 镉盐溶液 (2.4), 1.0ml 8-羟基喹啉溶液 (2.5), 以水稀释至刻度, 混匀。

5.5.2 将溶液 (5.5.1) 于原子吸收分光光度计波长 422.7nm 处, 用一氧化二氮-乙炔富燃性火焰, 以水调零, 测量试液和补偿溶液 (不加钙标准溶液者) 的吸光度。以钙量为横坐标, 吸光度 (减去补偿溶液的吸光度) 为纵坐标, 绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算钙的百分含量:

$$Ca(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

式中: m_2 —— 自工作曲线上查得试样溶液的钙量, g;

m_1 —— 自工作曲线上查得随同试样所做的空白试验溶液的钙量, g;

m_0 —— 移取的试液相当于试样量, g。

7 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 量	允 许 差
0.010~0.050	0.003
>0.05~0.10	0.01
>0.10~0.30	0.02

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由东北轻合金加工厂负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人张文。

硫化橡胶中金属含量的测定

火焰原子吸收光谱法

第二部分：铜含量的测定

UDC 678.43/.46
543.06

GB 7043—86

Vulcanized rubber—Determination of metal content

—Flame atomic absorption spectrometric method

Part 2: Determination of copper content

1 应用范围

本标准适用于铜含量不超过25mg/kg的硫化橡胶试样的分析，也适用于生胶及混炼胶。铜含量更高的样品，调整试样重量或适当试液后，也可以测定。本标准参照采用ISO 6101/3《火焰原子吸收法测橡胶中金属含量 第三部分：铜含量的测定》。

2 原理

试样在 $550 \pm 25^\circ\text{C}$ 温度下灰化后，用盐酸溶解，然后配成适当浓度的溶液。以铜空心阴极灯为光源，选定仪器最佳测试条件，测定波长为324.7nm的吸光度。根据在相同条件下确定的铜标准工作曲线，计算试样中铜的含量。

3 试剂和溶液

在测试过程中，应使用分析纯试剂和蒸馏水或纯度与之相当的水。操作时必须严格遵守有关卫生标准及安全条例。

3.1 盐酸 (GB 622—77)；

3.2 氢氟酸 (GB 620—77)；

3.3 硫酸 (GB 625—77)；

3.4 硝酸 (GB 626—77)；

3.5 高纯铜片：纯度为99.999%；

3.6 铜标准溶液：

3.6.1 1mg/ml 铜标准溶液：称取1.0000g高纯铜片溶于少量硝酸中，在水浴上蒸干后加入5ml盐酸，再蒸干。加约83ml盐酸和水溶解，用水准确地稀释至1000ml。

3.6.2 10 μg /ml 铜标准溶液：吸取5ml 1mg/ml的铜标准溶液于500ml的容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4 仪器装置

4.1 火焰原子吸收分光光度计；

4.2 天平：分度值0.1mg；

4.3 马福炉：可控制在 $550 \sim 800 \pm 25^\circ\text{C}$ ；

4.4 电热板或砂浴；

- 4.5 铂坩埚(或聚四氟乙烯坩埚): 150ml;
 4.6 水浴;
 4.7 移液管: 5ml、10ml、50ml;
 4.8 容量瓶: 50ml、100ml、500ml、1000ml;
 4.9 玻璃砂芯漏斗: 40ml-G3;
 4.10 铂棒(或聚四氟乙烯棒);
 4.11 瓷坩埚(或石英坩埚): 100ml。

5 操作步骤

5.1 试液制备

5.1.1 试样的灰化: 称取约10g剪细的试样(称准至0.001g), 置于瓷坩埚中。先在电炉上缓缓加热, 使有机组分分解至无浓烟逸出, 然后移入马福炉, 控制在 $550 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灰化。如果试样炭黑含量较高, 在 550°C 下灰化一段时间后可升至 800°C 继续灰化, 直至碳质完全除去。

5.1.2 灰分的溶解: 试样灰化后冷却至室温, 加20ml盐酸, 在水浴上加热约15min, 加热时注意不要让反应混合物沸腾。

灰分溶解后, 冷却至室温, 将溶液转移到50ml的容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

如果灰分溶解不完全, 须按下列步骤操作: 用水将溶液及残渣转移到铂坩埚(或聚四氟乙烯坩埚)中, 加几滴硫酸, 再加5ml氢氟酸, 在电热板或砂浴上加热蒸发至干, 加热时不断用铂棒(或聚四氟乙烯棒)搅拌。按此步骤重复两次以上。待试样冷却至室温, 加20ml盐酸, 加热10min, 冷却后用水将溶液转移到50ml的容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。若有不溶物, 测定前用玻璃砂芯漏斗过滤。

5.2 标准曲线的绘制

5.2.1 标准系列的制备: 按下表所列的毫升数, 将浓度为 $10\mu\text{g/ml}$ 的铜标准溶液分别加入6个100ml的容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

10 $\mu\text{g/ml}$ 的铜标准溶液体积, ml	溶液中的铜含量, $\mu\text{g/ml}$
0	0.0
2	0.2
4	0.4
6	0.6
8	0.8
10	1.0

5.2.2 标准系列的测定: 启动光谱仪, 使仪器充分稳定, 将波长调至324.7nm处, 选择仪器最佳测试条件。

按顺序吸入铜标准溶液, 测其吸光度, 每种溶液测两次。测定标准溶液、空白溶液和试样溶液时, 吸液速度应保持恒定。每测一次, 须吸水清洗燃烧器。

5.2.3 绘制标准曲线: 以铜标准溶液的浓度($\mu\text{g/ml}$)为横坐标, 以相应的经过空白校正的铜标准

溶液的吸光度为纵坐标作图,即得标准曲线。

5.3 试液吸光度的测定

按5.2.2确定的测试条件,每种试液测两次。在相同条件下按同一步骤作空白试验。

如果试液的吸光度大于铜标准溶液的最大吸光度,可用水适当稀释,使试液的吸光度落在标准曲线的线性范围内,然后再测其吸光度。

6 结果的表示

6.1 试样的铜含量 (mg/kg) 按式 (1) 计算:

$$\frac{(A_t - A_b) \cdot M_n}{m \cdot A_n} \times 50f \quad (1)$$

式中: A_t —— 试液的吸光度;

A_b —— 空白溶液的吸光度;

M_n —— 最接近于试液的标准溶液的浓度, $\mu\text{g/ml}$;

A_n —— 最接近于试液的标准溶液的吸光度;

m —— 试样质量, g;

f —— 试液的稀释系数。

6.2 如直接从标准曲线查出试液的铜含量,试样的铜含量 (mg/kg) 按式 (2) 计算:

$$\frac{(M_t - M_b)}{m} \times 50f \quad (2)$$

式中: M_t —— 从标准曲线查得的试液铜含量, $\mu\text{g/ml}$;

M_b —— 从标准曲线查得的空白溶液铜含量, $\mu\text{g/ml}$;

m —— 试样质量, g;

f —— 稀释系数。

7 平行测定允许偏差

同一实验室平行测定两次结果之相对偏差不大于10%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由北京橡胶工业研究设计院归口。

本标准由北京橡胶工业研究设计院负责起草。

本标准主要起草人易有元、康力、邱兰庄、周青山。

五氧化二钒化学分析方法
原子吸收分光光度法测定
氧化钾和氧化钠量

UDC 661.888.22
543.062

GB 7315.8-87

Methods for chemical analysis of vanadium pentoxide
The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of sodium oxide
and potassium oxide contents

本标准适用于五氧化二钒中氧化钠和氧化钾量的测定。测定范围：氧化钠和氧化钾量0.30~2.00%。
本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以盐酸溶解，用原子吸收标准曲线法进行测定。试样中共存杂质元素均不干扰测定。

2 试剂

2.1 盐酸 (ρ , 1.19g/ml)。

2.2 盐酸 (1 + 4)。

2.3 盐酸 (1 + 9)。

2.4 氧化钾标准溶液

2.4.1 称取0.1583g预先经500℃灼烧0.5h、置于干燥器中冷却至室温的基准氯化钾，溶于水中，加入10ml盐酸 (2.2)，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶内储存备用。此溶液1ml相当于100μg氧化钾。

2.4.2 移取10.00ml氧化钾标准溶液 (2.4.1)，置于100ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml相当于10μg氧化钾。

2.5 氧化钠标准溶液

2.5.1 称取0.1886g预先经500℃灼烧0.5h、置于干燥器中冷却至室温的基准氯化钠，溶于水中，加入10ml盐酸 (2.2)，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中储存备用。此溶液1ml相当于100μg氧化钠。

2.5.2 移取10.00ml氧化钠标准溶液 (2.5.1)，置于100ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml相当于10μg氧化钠。

2.6 五氧化二钒溶液：

称取1.000g高纯五氧化二钒，溶于40ml盐酸 (1 + 1) 中，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10mg五氧化二钒。

3 仪器

原子吸收分光光度计

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用（仪器工作条件见附录B）。

最低灵敏度：工作曲线中所用最高浓度标准溶液吸光度应不低于0.25。

工作曲线线性：五个等差浓度标准溶液中最高与次高浓度标准溶液吸光度的差值不低于最低浓度标准溶液与零浓度标准溶液吸光度差值的0.9倍。

最低稳定性：工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度标准溶液多次测量所得的吸光度，相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数（见附录A 补充件）应分别不大于2.00%和0.80%。

4 试样

4.1 试样应通过0.125mm筛孔。

4.2 试样预先在105~110℃烘2h，置于干燥器中，冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取0.1000g试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样（5.1）置于100ml烧杯中，加入20ml盐酸（2.2），加热使其溶解，取下，冷却至室温。移入100ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.3.2 按表1分取试液（5.3.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

表 1

氧化钠量	氧化钾量	分取试样体积	绘制工作曲线补加盐酸（2.3）体积	加入五氧化二钒溶液（2.6）体积
%		ml		
<1.00		10.00	2.00	1.00
>1.00		5.00	1.00	0.50
	<0.30	50.00	10.00	5.00
	>0.30	25.00	5.00	2.50

注：随同试样空白溶液的分取量和试液一致。

5.3.3 于原子吸收分光光度计波长589.0nm和766.5nm处，在空气-乙炔火焰中，选择仪器最佳工作条件，以水调零，分别测量氧化钠、氧化钾的吸光度（每个试液至少测量三次，取其平均值），减去相应随同试样空白的吸光度，从工作曲线上查出相应的氧化钠、氧化钾浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 于一组100ml容量瓶中，分别加入0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00ml氧化钠标准溶液（2.5.2）。按表1分别补加盐酸（2.3）和五氧化二钒溶液（2.6），用水稀释至刻度，混匀。按5.3.3同样条件分别测量其吸光度，减去零浓度标准溶液的吸光度，以氧化钠浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制氧化钠工作曲线。

5.4.2 于一组100ml容量瓶中，分别加入0、3.00、6.00、9.00、12.00、15.00ml氧化钾标准溶液。

(2.4.2)。按表 1 分别补加盐酸 (2.3) 和五氧化二钒溶液 (2.6)，用水稀释至刻度，混匀。按 5.3.3 同样条件分别测量其吸光度，减去零浓度标准溶液的吸光度，以氧化钾浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制氧化钾工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算氧化钠或氧化钾的百分含量：

$$\text{Na}_2\text{O} (\text{K}_2\text{O}) (\%) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中：c —— 从工作曲线上查得的氧化钠（氧化钾）浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

V —— 试液的体积，ml；

m_0 —— 试样量，g。

7 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 %

氧化钠和氧化钾含量	允 许 差
0.30~1.20	0.08
>1.20~2.00	0.10