

201×-××-××实施

201×-××-××发布

铝及铝合金化学分析方法

第36部分：银量的测定

火焰原子吸收光谱法

 Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys-

 Part 36-Determination of silver content-Flame atomic absorption spectrometric method

**（预审稿）**

GB/T 20975.36-201X

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.60

H 13

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 20975-201×《铝及铝合金化学分析方法》分为XX个部分:

——第1部分：

——第2部分：

——第3部分：

——第4部分：

——第5部分：

——第6部分：

——第7部分：

——第8部分：

——第9部分：

——第10部分：

——第11部分：

——第12部分：

——第13部分：

——第14部分：

——第15部分：

——第16部分：

——第17部分：

——第18部分：

——第19部分：

——第20部分：

——第21部分：

——第22部分：

——第23部分：

——第24部分：

——第25部分：

——第26部分：

——第27部分：

——第28部分：

——第29部分

——第30部分

——第31部分

——第32部分

——第33部分

——第34部分

——第35部分

——第36部分

本部分为第36部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分是对GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》的增补。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分负责起草单位：广东省工业分析检测中心。

本部分起草单位：

本部分参加起草单位：

本部分主要起草人：

铝及铝合金化学分析方法

第36部分：银量的测定

火焰原子吸收光谱法

**1 范围**

本部分规定了铝及铝合金中银量的测定方法。

 本部分适用于铝及铝合金中银量的测定。测定范围： 0.0050%~2.00%。

**2 方法提要**

 试料用盐酸、硝酸溶解。在盐酸介质中，于原子吸收光谱仪波长328.1nm处，以空气–乙炔火焰，测量银的吸光度。

**3 试剂**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和二级水。

3.1 盐酸（ρ 1.19 g/mL）。

3.2 硝酸（ρ 1.42g/mL）。

3.3 盐酸（1＋1）。

3. 4 硝酸（1＋1）。

3. 5 盐酸（1＋4）。

3.6 银标准贮存溶液：称取0.5000 g金属银（*wAg*≥99.99%）置于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（3.4），盖上表面皿，低温加热至溶解完全，取下冷却，移入500 mL容量瓶中，加入40 mL硝酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg银。

3.7 银标准溶液：移取10.00 mL银标准贮存溶液（3.6）于200 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50 μg银。

**4 仪器**

原子吸收光谱仪，附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

──特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，银的特征浓度应不大于0.03 μg/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1.00 %；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）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0.50 %。

──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0.70。

**5 试样**

将试样加工成碎屑。

**6 分析步骤**

**6.1 试料**

称取0.2g试样，精确至0.0001 g。

**6.2 平行试验**

平行做两份试验。

**6.3 空白试验**

随同试料做空白试验。

**6.4 测定**

6.4.1 将试料（6.1）置于100 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（3.3），盖上表面皿，待剧烈反应停止后，加入1mL硝酸（3.2），加热至试样溶解，煮沸除去氮的氧化物，取下，冷却，加入15mL盐酸（3.1）。将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。按表1分取试液于适量容量瓶中，用盐酸（3.5）稀释至刻度，混匀。

表1 分取试液量

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 银的质量分数/% | 分取试液体积/mL | 测量时试液体积/mL |
| 0.0050～0.10 | - | 100 |
| ＞0.10～0.50 | 10 | 50 |
| ＞0.50～1.00 | 10 | 100 |
| ＞1.00～2.00 | 5 | 100 |

6.4.2 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长328.1nm处，与系列标准溶液同时，用水调零，测量空白试液和试料溶液的吸光度，从工作曲线查出相应的银的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 银工作曲线的绘制

 移取0 mL、0.20 mL、1.00 mL、1.40 mL、 2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL银标准溶液（3.7），置于一组100 mL容量瓶中，用盐酸（3.5）稀释至刻度，混匀。

6.5.2 在与试液测定相同条件下，用水调零，测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以银的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

**7 试验数据处理**

银的质量分数以*wAg*计，按公式（1）计算：

 $ω\_{Ag}=\frac{(ρ-ρ\_{0})·V\_{0}·V\_{2}×10^{-6}}{m\_{0}·V\_{1}}×100\%$∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙（1）

式中：

Ρ ——自工作曲线上查得试液中银的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ0——自工作曲线上查得空白试验中银的质量浓度，单位为微克每毫升（μg /mL）；

*V*0——测量时试液体积，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*0 ——试料的质量，单位为克（g）。

所得结果表示至小数点后两位。若银的质量分数小于0.10%时，保留两位有效数据。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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）按表2数据采用线性内插法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *WAg*/ % |  |  |  |  |
| r / % |  |  |  |  |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表3数据采用线性内插法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *WAg*/ % |  |  |  |  |
| R / % |  |  |  |  |

**9 试验报告**

试验报告至少应包括以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（GB/T 20975.36—201X）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。