

201×-××-××实施

201×-××-××发布

铝及铝合金化学分析方法

第36部分：银含量的测定

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 spectrometry

**（送审稿）**

GB/T 20975.36-201X

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.10

H 12





国 家 市 场 监 督 管 理 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》分为37部分：

——第1部分：汞含量的测定

——第2部分：砷含量的测定

——第3部分：铜含量的测定

——第4部分：铁含量的测定

——第5部分：硅含量的测定

——第6部分：镉含量的测定

——第7部分：锰含量的测定

——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

——第12部分：钛含量的测定

——第13部分：钒含量的测定

——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：锶含量的测定

——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

——第22部分：铍含量的测定

——第23部分：锑含量的测定

——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

——第26部分：碳含量的测定 红外吸收法

——第27部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第28部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第29部分：鉬含量的测定 硫氰酸盐分光光度法

——第30部分：氢含量的测定 加热提取热导法

——第31部分: 磷含量的测定 钼蓝分光光度法

——第32部分：铋含量的测定

——第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第34部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第35部分：钨含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第36部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第37部分：铌含量的测定

本部分为GB/T 20975的第36部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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（SAC/TC 243）归口。

本部分起草单位：广东省工业分析检测中心

本部分起草人：

铝及铝合金化学分析方法

第36部分：银含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警告—使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家相关法规规定的条件。

**1 范围**

本部分规定了火焰原子吸收光谱法测定铝及铝合金中银含量的方法。

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

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注明日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）使用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判断

3 术语和定义

 GB/T 20000.1界定的术语和定于适用于本文件。

4 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，以此确定银的含量。

**5 试剂**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T6682规定的二级水。

5.1 盐酸（ρ= 1.19 g/mL）。

5.2 硝酸（ρ= 1.42g/mL）。

5.3 盐酸（1＋1）。

5.4 硝酸（1＋1）。

5.5 盐酸（1＋4）。

5.6 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（5.4），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（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg银。

5.7 银标准溶液：移取10.00 mL银标准贮存溶液（5.6）于200 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50 μg银。

**6 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，凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用：

——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1.0 %；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0.5 %。

——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0.70。

**7 试样**

将试样加工成不大于1mm的碎屑。

**8 分析步骤**

**8.1 试料**

称取质量（**）0.20g试样（7），精确至0.0001 g。

**8.2 平行试验**

平行做两份试验，取其平均值。

**8.3 空白试验**

随同试料做空白试验。

**8.4 测定**

8.4.1 将试料（8.1）置于100 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（5.3），盖上表面皿，待剧烈反应停止后，加入1mL硝酸（5.2），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（5.1）。将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，定容（*V*）,混匀。按表1分取试液于适量容量瓶中，用盐酸（5.5）稀释至刻度，混匀。

表1分取试液体积、分取试液定容体积及稀释倍数

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 银的质量分数*wAg*/% | 分取试液体积/mL | 分取试液定容体积/mL | 稀释倍数(T) |
| 0.0050～0.10 | - | 100 | 1 |
| ＞0.10～0.50 | 10.00 | 50 | 10 |
| ＞0.50～1.00 | 10.00 | 100 | 10 |
| ＞1.00～2.00 | 5.00 | 100 | 20 |

8.4.2 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，从工作曲线上查出空白溶液中银浓度（ρ0）和测量试液中银浓度（ρ）。与系列标准溶液同时测定。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL银标准溶液（5.7），置于一组100 mL容量瓶中，用盐酸（5.5）稀释至刻度，混匀。

8.5.2 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。

**9 试验数据处理**

9.1 银含量以银的质量分数*wAg*计，按公式（1）计算：

%…………………………………（1）

式中：

Ρ ——自工作曲线上查得分析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*——试液定容体积，单位为毫升（mL）；

*T*——稀释倍数；

*——*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。

9.2 银含量＜0.10％时，计算结果保留两位有效数子；银含量≥0.10％时，计算结果表示至小数点后二位。数值修约执行GB/T 8170中3.2、3.3条款。

10 精密度

10.1 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 / % |  |  |  |  |

10.2 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 / % |  |  |  |  |

11 质量保证和控制

分析时，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。

12 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的以下内容：

a）试验方法标准编号及名称；

b）关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；

c）以适当的形式表达试验结果；

d）试验过程中出现的异常现象；

e）在本方法标准中没有明确说明或是可选择的、且可能影响结果的任何操作；

f）试验、审核等相关责任人的签名。