

前 言

本标准是对 GB/T 4103.11—1983《铅基合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量》的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准的附录 A 为提示的附录。

本标准自生效之日起，代替 GB/T 4103.11—1983。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由沈阳冶炼厂、白银有色金属公司西北铜加工厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人：张丽萍、陈珂。

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法 钙量的测定

GB/T 4103.9—2000

代替 GB/T 4103.11—1983

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys
—Determination of calcium content

1 范围

本标准规定了铅合金中钙的测定方法。

本标准适用于铅合金中钙的测定。测定范围：0.010%~0.15%。

2 方法提要

试料用硝酸、酒石酸溶解。在稀硝酸介质中，以镧盐作释放剂，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处，测量钙的吸光度。

3 试剂

本方法所用水均为二次蒸馏水或去离子水。

3.1 溶样酸：称取 30 g 酒石酸，溶于 500 mL 硝酸(1+2)中，混匀。

3.2 镧溶液(50 g/L)：称取 5.87 g 三氧化二镧，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸($\rho=1.42$ g/mL，优级纯)，加热溶解并稀释至 100 mL，混匀。

3.3 铅溶液：称取纯铅(99.99%)10.0 g，置于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 硝酸(1+2)，低温溶解完全。取下，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 g 铅。

3.4 铝溶液：称取 0.100 g 铝片(铝>99.9%，钙<0.01%)于 250 mL 烧杯中，缓缓加入 20 mL 盐酸(1+1)，低温加热至完全溶解，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 μ g 铝。

3.5 钙标准贮存溶液：准确称取 2.497 2 g 优级纯碳酸钙(预先在 105~110 C 烘 1 h 置于干燥器中，冷却至室温)于 250 mL 烧杯中，加入 60 mL 硝酸(1+2)，低温加热溶解，煮沸，取下，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

3.6 钙标准溶液：移取 10.00 mL 钙标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中，以硝酸(1+99)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度：在与测量溶液基体相一致的溶液中，钙的特征浓度应不大于 0.12 μ g/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”标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光

国家质量技术监督局 2000 08·28 批准

2000 12 01 实施

度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成 5 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 0.85。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

钙含量, %	试料量, g
0.010~0.040	1.0
>0.040~0.15	0.5

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

称取与试料中相当量的纯铅(99.99%),并加入相当量的铝溶液(3.4),随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 溶样酸,低温加热溶解完全,取下冷却。

5.3.2 将试液(5.3.1)移入 100 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 镧溶液,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,以水调零,测量试液的吸光度,减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的钙浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 钙含量 0.010%~0.040%的工作曲线

5.4.1.1 移取 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mL 钙标准溶液,分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 铅溶液、10 mL 溶样酸、10.0 mL 镧溶液。加入与试料中相当量的铝溶液,以水稀释至刻度,混匀。

5.4.1.2 与试料测定相同条件下,测量标准溶液的吸光度,减去“零”标准溶液的吸光度,以钙浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5.4.2 钙含量 >0.040%~0.15%的工作曲线

移取 0.15, 0.3, 0.45, 0.6, 0.75 mL 钙标准溶液,分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 铅溶液、10 mL 溶样酸、10.0 mL 镧溶液,加入与试料中相当量的铝溶液,以水稀释至刻度,混匀。以下按 5.4.1.2 条进行。

6 分析结果的表述

按式(1)计算钙的百分含量:

$$\text{Ca}(\%) = \frac{c \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——自工作曲线上查得的钙的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V_0 ——试液的总体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示二位小数。若钙含量小于 0.10% 时,表示至三位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

钙 含 量	允 许 差
0.010~0.040	0.003
>0.040~0.080	0.005
>0.080~0.15	0.012

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 WFX-1C 型原子吸收光谱仪测量钙的工作条件如表 A1:

表 A1

波 长 nm	灯 电 流 mA	光谱通带 nm	燃烧器高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
422.7	2	0.2	6	7.5	1.4