ICS 77.120.10
H 12

中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.1—2018
代替 GB/T 20975.1—2007

铝及铝合金化学分析方法
第 1 部分:汞含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 1: Determination of mercury content

2018-05-14 发布　　2019-02-01 实施

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31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　邻二氮杂菲分光光度法；

——第5部分：硅含量的测定；

——第6部分：镉含量的测定　火焰原子吸收光谱法；

——第7部分：锰含量的测定　高碘酸钾分光光度法；

——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　苯甲酰苯胺分光光度法；

——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　火焰原子吸收光谱法；

——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　火焰原子吸收光谱法；

——第22部分：铍含量的测定　依莱铬氰兰R分光光度法；

——第23部分：锑含量的测定　碘化钾分光光度法；

——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：钼含量的测定　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。

本部分为GB/T 20975的第1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 20975.1—2007《铝及铝合金化学分析方法　第1部分：汞含量的测定　冷原子吸收光谱法》的修订，本部分与GB/T 20975.1—2007相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——增加了对分析使用试剂和水的要求（见2.2）；

——增加了重铬酸钾溶液的配制方法（见2.2.4）；

——增加了方法二：氢化物发生-原子荧光光谱法（见3）。

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。

本部分负责起草单位：中国铝业郑州有色金属研究院有限公司。

本部分参加起草单位：广东省工业分析检测中心、贵州省分析测试研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、昆明冶金研究院、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分主要起草人：石磊、薛宁、谭红、喻星、刘英波、刘丽媛、李家华、刘艳花、罗舜、刘天平、麦丽碧、张永进、陈殿耿、严伟强、袁玉霞、张威、向德磊、梁冬梅、赵淋、李满芝、张莹莹、朱君罡。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 20975.1—2007。

铝及铝合金化学分析方法 第1部分:汞含量的测定

1 范围

GB/T 20975的本部分规定了铝及铝合金中汞含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中汞含量的测定,铝及铝合金中所有共存元素均不干扰汞的测定。方法一测定范围为:>0.000 1%~0.010%;方法二测定范围为:0.000 001%~0.000 1%。

2 方法一 冷原子吸收光谱法

2.1 方法原理

试料以盐酸-硝酸混合酸溶解,用氯化亚锡将溶液中的二价汞还原成汞,在冷原子吸收测汞仪上于波长253.7 nm处测量汞蒸气的吸光度,计算汞的质量分数。

2.2 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和一级水。

2.2.1 硝酸(ρ=1.42 g/mL)。

2.2.2 盐酸(ρ=1.19 g/mL)。

2.2.3 混合酸:将硝酸(2.2.1)、盐酸(2.2.2)、水以(1+3+4)体积比例混合。

2.2.4 重铬酸钾溶液(25 g/L):称取25 g重铬酸钾,溶于水,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.5 硝酸-重铬酸钾溶液:称取0.5 g重铬酸钾用水溶解后,加入50 mL硝酸(2.2.1),移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

2.2.6 氯化亚锡溶液(200 g/L):称取20 g氯化亚锡($SnCl_2 \cdot H_2O$),溶于20 mL盐酸(2.2.2),移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.7 汞标准贮存溶液(100 μg/mL):称取0.135 4 g预先经硅胶干燥器充分干燥过的二氯化汞[$w(HgCl_2) \geqslant 99.95\%$],加入5 mL硝酸(2.2.1)及少量水,微热溶解后,移入1 000 mL容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液(2.2.5)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg汞。

2.2.8 汞标准溶液(10 μg/mL):移取10.00 mL汞标准贮存溶液(2.2.7)于100 mL容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液(2.2.5)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 μg汞。用时现配。

2.2.9 汞标准溶液(0.1 μg/mL):移取2.00 mL汞标准溶液(2.2.8)于200 mL容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液(2.2.5)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.1 μg汞。用时现配。

2.3 仪器设备

冷原子吸收测汞仪。

2.4 试样

将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

按表1称取试样(2.4),精确至0.000 1 g。

表1 称料量和移取试液体积

质量分数/%	试料量/g	移取试液体积/mL
>0.000 1～0.000 5	0.50	10.00
>0.000 5～0.002	0.20	5.00
>0.002～0.005	0.10	5.00
>0.005～0.010	0.10	2.00

2.5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

2.5.3 空白试验

随同试料(2.5.1)做空白试验。

2.5.4 测定

2.5.4.1 将试料(2.5.1)置于150 mL烧杯中,加入15 mL混合酸(2.2.3),盖上表皿,待剧烈反应停止后移至低温电炉上加热,使试料完全溶解,继续加热驱除棕色烟雾,取下,冷却。加入0.5 mL重铬酸钾溶液(2.2.4),摇匀,移入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.5.4.2 按表1移取试液于50 mL容量瓶中,加入10 mL混合酸(2.2.3),加入0.5 mL重铬酸钾溶液(2.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

2.5.4.3 移取10.00 mL试液(2.5.4.2)放入汞还原瓶中,加入1.0 mL氯化亚锡溶液(2.2.6),迅速盖上还原瓶磨口塞,接通测汞仪气路,测量吸光度,记录最大显示值(每次测定前仪器均应调零)。试液吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的汞的质量浓度。

2.5.5 工作曲线的绘制

2.5.5.1 移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL汞标准溶液(2.2.9),分别置于一组50 mL容量瓶中,加入10 mL混合酸(2.2.3),加入0.5 mL重铬酸钾溶液(2.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

2.5.5.2 移取10.00 mL系列标准溶液(2.5.5.1)放入汞还原瓶中,加入1.0 mL氯化亚锡溶液(2.2.6),迅速盖上还原瓶磨口塞,接通测汞仪气路,与试料相同测量条件下测量吸光度,记录最大显示值(每次测量前仪器均应调零)。以汞的质量浓度为横坐标,以标准溶液的吸光度减去系列标准溶液中"零"浓度溶液的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

2.6 分析结果的计算

按式(1)计算汞的质量分数$w(\mathrm{Hg})$:

$$w(\mathrm{Hg})=\frac{\rho V_2 V_0\times 10^{-6}}{m V_1}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

ρ ——自工作曲线上查得汞的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_2——测量试液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0——试液的总体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1——移取试液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果保留 2 位有效数字。

2.7 精密度

2.7.1 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差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）情况不超过 5%，重复性限（r）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

质量分数/%	重复性限 r/%
0.000 8	0.000 1
0.002 5	0.000 2
0.006 0	0.000 3

2.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 允许差

质量分数/%	允许差/%
>0.000 1～0.000 5	0.000 05
>0.000 5～0.002 0	0.000 2
>0.002 0～0.005 0	0.000 5
>0.005 0～0.010	0.001

3 方法二 氢化物发生-原子荧光光谱法

3.1 方法原理

试料以混合酸溶解。在酸性介质中，以盐酸作载流，将溶液引入原子荧光光谱仪进行测定。

3.2 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

3.2.1 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

3.2.2 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

3.2.3 盐酸(1+1)。

3.2.4 硝酸(1+1)。

3.2.5 混合酸:将盐酸(3.2.3)、硝酸(3.2.4)以(3+1)体积比例混合。

3.2.6 盐酸(5+95)。

3.2.7 硼氢化钾溶液(4 g/L):称取 1.0 g 硼氢化钾于 300 mL 烧杯中,用氢氧化钠溶液(5 g/L)稀释至 250 mL,混匀。用时现配。

3.2.8 汞标准贮存溶液(1.0 mg/mL)。

3.2.9 汞标准溶液 A(10 μg/mL):移取 1.00 mL 汞标准贮存溶液(3.2.8)于 100 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 硝酸(3.2.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 汞。用时现配。

3.2.10 汞标准溶液 B(0.1 μg/mL):移取 1.00 mL 汞标准溶液 A(3.2.9)于 100 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 硝酸(3.2.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 μg 汞。用时现配。

3.2.11 汞标准溶液 C(0.01 μg/mL):移取 10.00 mL 汞标准溶液 B(3.2.10)于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 μg 汞。用时现配。

3.3 仪器设备

原子荧光光谱仪,附汞空心阴极灯。

3.4 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

称取 1.00 g 试样(3.4),精确至 0.000 1 g。

3.5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

3.5.3 空白试验

随同试料(3.5.1)做空白试验。

3.5.4 测定

3.5.4.1 将试料(3.5.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 30 mL 混合酸(3.2.5),盖上表皿,放置一定时间,待试料基本溶解后放入恒温水浴锅中,于温度 90 ℃±5 ℃保持 20 min,使试料溶解完全,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.5.4.2 将空白试验溶液(3.5.3)及试液(3.5.4.1)和硼氢化钾溶液(3.2.7),用盐酸 (3.2.6)做载流,引入原子荧光光谱仪测量荧光强度值,从工作曲线上查出相应的汞的质量浓度。

3.5.5 工作曲线的绘制

3.5.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 汞标准溶液 B(3.2.10)置于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2.6)稀释至刻度,混匀。或者采用汞标准溶液 C(3.2.11)由仪器自动在线稀释获得系列标准溶液。

3.5.5.2 将系列标准溶液和硼氢化钾溶液(3.2.7)用盐酸(3.2.6)做载流引入原子荧光光谱仪测量荧光

强度值，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的荧光强度值，以汞的质量浓度为横坐标，荧光强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

3.6 分析结果的计算

按式(2)计算汞的质量分数 $w(\mathrm{Hg})$：

$$w(\mathrm{Hg})=\frac{(\rho_1-\rho_0)V}{m\times10^6}\times100\% \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

ρ_1——自工作曲线上查得的试料溶液中汞的质量浓度的数值，单位为微克每升(μg/L)；

ρ_0——自工作曲线上查得的随同试料所做空白溶液中汞的质量浓度的数值，单位为微克每升(μg/L)；

V——试液的总体积的数值，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量的数值，单位为克(g)。

计算结果保留1位有效数字。

3.7 精密度

3.7.1 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差值不超过重复性限 r，超过重复性限 r 情况不超过5%，重复性限 r 按表4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 重复性限

质量分数/%	重复性限 r/%
0.000 009	0.000 001
0.000 05	0.000 01

3.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表5所列允许差。

表5 允许差

质量分数/%	允许差/%
0.000 001～0.000 01	0.000 002
>0.000 01～0.000 05	0.000 01
>0.000 05～0.000 1	0.000 02

4 质量保证与控制

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。

5 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样；

——本部分编号；

——所使用的方法；

——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。