



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.33—2020

铝及铝合金化学分析方法 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 33: Determination of potassium content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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：锆含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：钴含量的测定；
- 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：铋含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 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；
- 第 32 部分：铟含量的测定；
- 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 硫氰酸盐分光光度法；
- 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 33 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:中铝郑州有色金属研究院有限公司、有色金属技术经济研究院、东北轻合金有限责任公司、贵州省分析测试研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、中铝材料应用研究院有限公司、中铝山西新材料有限公司、北矿检测技术有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、昆明冶金研究院、山东兖矿轻合金有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司。

本部分主要起草人:石磊、席欢、周兵、杨鸿波、易嘉、张莹莹、贺铭兰、崔军峰、薛宁、孙计先、杨伟、刘雷雷、王鹏、左鸿毅、仓向辉、魏媛媛、周世洋、杨炳红、韩正乾。



铝及铝合金化学分析方法

第 33 部分:钾含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警示——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,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 20975 的本部分规定了火焰原子吸收光谱法测定铝及铝合金中钾含量。
本部分适用于铝及铝合金中钾含量的仲裁测定。测定范围:0.001 0%~1.00%。

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,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法提要

试料用盐酸、过氧化氢溶解,加入氯化铯作电离抑制剂,使用空气-乙炔火焰,于火焰原子吸收光谱仪波长 766.5 nm 处,测量钾的吸光度,以此测定钾含量。

5 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室一级水。

5.1 纯铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$, $w_{\text{K}} \leq 0.000 5\%$)。

5.2 过氧化氢($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

5.3 盐酸(1+1)(采用高纯试剂 BVⅢ级盐酸配制)。

5.4 氯化铯溶液(25 g/L):称取 2.5 g 氯化铯(光谱纯),溶于 100 mL 水中,混匀。

5.5 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.000 g 纯铝(5.1)置于 500 mL 聚四氟乙烯烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 600 mL 盐酸(5.3),缓慢加热至完全溶解,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.6 钾标准贮存溶液:称取 1.906 8 g 基准氯化钾(预先在 450 °C~500 °C 灼烧 1.5 h~2 h 并在干燥器中冷却至室温)于 300 mL 烧杯中溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于干燥

的聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钾。

5.7 钾标准溶液:移取 10.00 mL 钾标准贮存溶液(5.6)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 钾。

6 仪器

- 火焰原子吸收光谱仪,附钾空心阴极灯。仪器应满足下列条件:
- 特征浓度:在与测量试料溶液的基体一致的溶液中,钾的特征浓度应不大于 0.008 7 $\mu\text{g/mL}$ 。
 - 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(不是零浓度溶液)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

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

8 分析步骤

8.1 试料

称取质量(m)为 0.50 g 试样(第 7 章),精确至 0.000 1 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

称取 0.500 g 纯铝(5.1)代替试料(8.1),随同试料做空白试验。

8.4 测定

- 8.4.1 将试料(8.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 15 mL 盐酸(5.3),待试料完全溶解后,加入 2 滴过氧化氢(5.2),低温加热至试样完全溶解,冷却至室温。
- 8.4.2 根据试料中钾的质量分数,按表 1 将试液(8.4.1)移入相应体积的容量瓶中。
- 8.4.3 根据试料中钾的质量分数,按表 1 移取试液(8.4.2)于 100 mL 容量瓶(V_3)中。加入 4.0 mL 氯化铯溶液(5.4),用水稀释至刻度,混匀。

表 1

钾的质量分数 w_K %	容量瓶体积 V_1 mL	移取试液体积 V_2 mL
0.001 0~0.020	100	全量
>0.020~0.10	100	20.00

表 1 (续)

钾的质量分数 w_K %	容量瓶体积 V_1 mL	移取试液体积 V_2 mL
>0.10~0.50	250	10.00
>0.50~1.00	250	5.00

8.4.4 将试液(8.4.3)于火焰原子吸收光谱仪波长 766.5 nm 处,采用空气-乙炔火焰,以空白试验(8.3)溶液调零,测量钾的吸光度。从工作曲线上查出相应的钾的质量浓度(ρ)。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 根据试料中钾的质量分数,系列标准溶液的制备分为以下 4 种:

- a) 钾质量分数为 0.001 0%~0.020%时:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(5.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 25.0 mL 铝溶液(5.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(5.4),用水稀释至刻度,混匀。
- b) 钾质量分数为 >0.020%~0.10%时:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(5.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 铝溶液(5.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(5.4),用水稀释至刻度,混匀。
- c) 钾质量分数为 >0.10%~0.50%时:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(5.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 铝溶液(5.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(5.4),用水稀释至刻度,混匀。
- d) 钾质量分数>0.50%~1.00%时:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(5.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 铝溶液(5.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(5.4),用水稀释至刻度,混匀。

8.5.2 测量

将系列标准溶液(8.5.1)于火焰原子吸收光谱仪波长 766.5 nm 处,采用空气-乙炔火焰,以空白溶液调零,测量钾的吸光度。以钾的质量浓度为横坐标,吸光度(减去“零”浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

9 试验数据处理

钾含量以钾质量分数 w_K 计,按式(1)计算:

$$w_K = \frac{\rho V_3 V_1 \times 10^{-3}}{m V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得试液中钾的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_3 ——测试溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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 的情况不超过 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

$w_K / \%$	0.001 2	0.011	0.061	0.29	0.77
$r / \%$	0.000 2	0.001	0.002	0.02	0.03

10.2 再现性

在再现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或者外延法求得。

表 3

$w_K / \%$	0.001 2	0.011	0.061	0.29	0.77
$R / \%$	0.000 3	0.002	0.003	0.04	0.05

11 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本部分编号及名称;
- 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) 审核、批准等人员的签名。

