



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.11—2018
代替 GB/T 20975.11—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 11 部分：铅含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 11: Determination of lead 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 苯甲酰苯胍分光光度法；
- 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：铍含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：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 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：铈含量的测定 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：钼含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钨含量的测定 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 11 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.11—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 11 部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。本部分与 GB/T 20975.11—2008 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 方法一测定范围由 0.005%~1.50% 修改为 >0.005%~12.0%（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）；

- 增加了分析使用试剂和水的要求(见 2.2)；
- 增加了溶样酸体积表(见表 1)；
- 增加了铅的质量分数 $>1.50\%$ ~ 12.0% 时试液的制备步骤(见 2.5.4.2)；
- 增加了铅的质量分数 $>1.50\%$ ~ 12.0% 时标准溶液的制备步骤(见 2.5.5.1)；
- 修改了精密度(见 2.7,2008 年版的第 8 章)；
- 增加了方法二:氢化物发生-原子荧光光谱法(见第 3 章)。

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:中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、有色金属技术经济研究院、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。

本部分主要起草人:石磊、张树朝、席欢、李家华、易嘉、周元敬、杨林、王雪、薛宁、刘亚山、刘英波、张炜华、刘丽媛、罗舜、李满芝。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6987.11—1986、GB/T 6987.11—2001；
- GB/T 20975.11—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第 11 部分：铅含量的测定

1 范围

GB/T 20975 的本部分规定了铝及铝合金中铅含量的测定方法。

本部分方法一适用于铝及铝合金中铅含量的测定,铝及铝合金中铝干扰铅的测定,采取在工作曲线中加入等量的铝消除干扰,其他共存元素均不干扰铅的测定。方法一测定范围为: $>0.005\%$ ~ 12.0% ;本部分方法二适用于铝及铝合金中铅含量的测定,铝及铝合金中所有共存元素均不干扰铅的测定。方法二测定范围为: 0.0001% ~ 0.005% 。

2 方法一 火焰原子吸收光谱法

2.1 方法原理

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解,于原子吸收光谱仪波长 217.0 nm 处或 283.3 nm 处,以空气-乙炔贫燃性火焰测量铅的吸光度,计算铅的质量分数。

2.2 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和三级水。

2.2.1 铝 [$w(\text{Al}) \geq 99.99\%$, 不含铅]。

2.2.2 硝酸 ($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

2.2.3 盐酸 ($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

2.2.4 氢氟酸 ($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$)。

2.2.5 盐酸-硝酸混合酸:移取 375 mL 盐酸(2.2.3)和 125 mL 硝酸(2.2.2)于烧杯中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

2.2.6 铝溶液(20 mg/mL):称取 10.00 g 经酸洗的铝(2.2.1)置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 200 mL 的盐酸-硝酸混合酸(2.2.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,煮沸,将溶液蒸发至约 100 mL,冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.7 铅标准贮存溶液(1.0 mg/mL):称取 1.000 0 g 铅 [$w(\text{Pb}) \geq 99.99\%$],置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(2.2.2),盖上表皿,缓慢加热至完全溶解,煮沸数分钟,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。

2.2.8 铅标准溶液(0.1 mg/mL):移取 100.00 mL 铅标准贮存溶液(2.2.7)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铅。用时现配。

2.3 仪器设备

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 $0.4 \mu\text{g/mL}$;

——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吸光度平均值的 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