

## 前 言

本标准是对 GB/T 6987.1~6987.21—1986、GB/T 6987.22~6987.23—1987、GB/T 6987.24—1988 的修订,本次修订主要有以下变化:

- 修订前共测定 18 个元素,有 24 个分析方法,修订后共测定 22 个元素,有 32 个分析方法;
  - 新增加了镉、锂、硼、锶四种元素的分析方法,分别是 GB/T 6987.25、GB/T 6987.26、GB/T 6987.27、GB/T 6987.28;
  - 新制定了铜、铬、钛、稀土元素的分析方法,分别是 GB/T 6987.29、GB/T 6987.30、GB/T 6987.31、GB/T 6987.32;
  - 为适应实际情况,GB/T 6987.5、GB/T 6987.9、GB/T 6987.10、GB/T 6987.11、GB/T 6987.12、GB/T 6987.13、GB/T 6987.19、GB/T 6987.20、GB/T 6987.22、GB/T 6987.23、GB/T 6987.24 等 11 个分析方法扩大了元素的分析范围;
  - 其余 13 个分析方法经编辑性整理后予以重新确认。
- 本标准中有 17 个分析方法非等效采用国际标准,具体采用情况见表 1。

表 1

序号	分标准编号	分标准名称	采用国际标准
1	GB/T 6987.1	电解重量法测定铜量	ISO 796:1973
2	GB/T 6987.2	草酰二酰胺分光光度法测定铜量	ISO 795:1976
3	GB/T 6987.3	火焰原子吸收光谱法测定铜量	ISO 3980:1977
4	GB/T 6987.4	邻二氮杂菲分光光度法测定铁量	ISO 793:1973
5	GB/T 6987.5	重量法测定硅量	ISO 797:1973
6	GB/T 6987.6	钼蓝分光光度法测定硅量	ISO 808:1973
7	GB/T 6987.7	高碘酸钾分光光度法测定锰量	ISO 886:1973
8	GB/T 6987.8	EDTA 滴定法测定锌量	ISO 1784:1976
9	GB/T 6987.9	火焰原子吸收光谱法测定锌量	ISO 5194:1981
10	GB/T 6987.11	火焰原子吸收光谱法测定铅量	ISO 4192:1981
11	GB/T 6987.12	二安替吡啉甲烷分光光度法测定钛量	ISO 6827:1981
12	GB/T 6987.14	丁二酮肟分光光度法测定镍量	ISO 3979:1977
13	GB/T 6987.15	火焰原子吸收光谱法测定镍量	ISO 3981:1977
14	GB/T 6987.16	CDTA 滴定法测定镁量	ISO 2297:1973
15	GB/T 6987.17	火焰原子吸收光谱法测定镁量	ISO 3256:1977
16	GB/T 6987.18	火焰原子吸收光谱法测定铬量	ISO 4193:1981
17	GB/T 6987.30	萃取分离-二苯基碳酰二肟分光光度法测定铬量	ISO 3978:1976

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6987.1~6987.21—1986、GB/T 6987.22~6987.23—1987、GB/T 6987.24—1988。

GB/T 6987.1~6987.32—2001

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由东北轻合金有限责任公司、郑州轻金属研究院、抚顺铝厂、兰州铝业股份有限公司西北铝加工分公司、本溪合金有限责任公司、北京有色金属研究总院、西南铝业(集团)有限责任公司、中国长城铝业公司、贵州铝厂起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.1~6987.21—1986；

——GB/T 6987.22~6987.23—1987；

——GB/T 6987.24—1988。

## 前 言

本标准是对 GB/T 6987.11—1986《铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量》的重新确认,除对铅的测定范围作了修订外,其他为编辑性整理。

本标准非等效采用国际标准 ISO 4192:1981《铝及铝合金—铅量的测定—火焰原子吸收光谱法》,采用说明如下:本标准测定范围为:0.005%~1.50%,ISO 4192:1981 的测定范围为:0.01%~1.50%。

本标准的附录 A 为提示的附录。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.11—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司负责起草。

本标准由郑州轻金属研究院起草。

本标准主要起草人:陈 静、张炜华、田 虹。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

铝及铝合金化学分析方法  
火焰原子吸收光谱法测定铅量

GB/T 6987.11—2001  
neq ISO 4192:1981

代替 GB/T 6987.11—1986

Aluminium and aluminium alloys  
—Determination of lead content  
—Flame atomic absorption spectrometric method

## 1 范围

本标准规定了铝及铝合金中铅含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中铅含量的测定。测定范围:0.005%~1.50%。

## 2 方法提要

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-乙炔贫燃性火焰进行铅量的测定。

## 3 试剂

3.1 铝(99.99%,不含铅)。

3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.4 氢氟酸( $\rho$ 1.14 g/mL)。

3.5 盐酸-硝酸混合酸:移取 375 mL 盐酸(3.3)和 125 mL 硝酸(3.2),加入 500 mL 水,混匀。

3.6 铝溶液(20 mg/mL):称取 10.00 g 经酸洗的铝(3.1)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(3.5),加一滴汞助溶。待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,煮沸驱除氮氧化物,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。

3.7 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 铅(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 硝酸(3.2),缓慢加热至完全溶解,煮沸数分钟,驱除氮氧化物,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 mg 铅。

3.8 铅标准溶液:移取 100.00 mL 铅标准贮存溶液(3.7)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。

## 4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

灵敏度:在与测量试料溶液的基体一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.5  $\mu$ g/mL。

精密性: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 0.7。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

## 5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 1.000 0 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

称取 0.500 0 g 铝(3.1)代替试料(6.1),随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 20 mL 盐酸-硝酸混合酸(3.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至试料完全溶解,蒸发至溶液体积约 10 mL,冷却。加入 25 mL 水,加热煮沸使盐类完全溶解,冷却。

6.4.2 如有不溶物,过滤,洗涤。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(勿使滤纸燃烧),在约 550℃ 灼烧,冷却。加入 5 mL 氢氟酸(3.4),并逐滴加入硝酸(3.2)至溶液清亮,加热蒸发至干,在 700℃ 灼烧数分钟,冷却。用尽量少的硝酸(3.2)溶解残渣(必要时过滤)。将此溶液合并于原滤液中。

6.4.3 根据试料中铅含量分别按下述方法处理:

铅的质量分数在 0.005%~0.10% 时,将试液(6.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

铅含量在 0.10%~1.50% 时,将试液(6.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入 500 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 将随同试料所作的空白试验溶液(6.3)及根据试料中铅含量而制备的试液(6.4.3)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,以水调零,测量铅的吸光度。从工作曲线上查出相应的铅量。

### 6.5 工作曲线的绘制

#### 6.5.1 系列标准溶液的制备

适用于质量分数为 0.005%~0.10% 铅含量:

移取 0, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00 mL 铅标准溶液(3.8),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 50.00 mL 铝溶液(3.6)和 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

适用于质量分数为 0.10%~1.50% 铅含量:

移取 0, 2.00, 6.00, 10.00 mL 铅标准溶液(3.8)及 1.50, 2.00, 2.50, 3.00 mL 铅标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10.00 mL 铝溶液(3.6)和 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

#### 6.5.2 测量

将系列标准溶液于原子吸收光谱仪波长 217.0 nm 处或 283.3 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量系列标准溶液和零浓度标准溶液的吸光度。以铅量为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸

光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的表述

按式(1)计算铅的质量分数:

$$w(\text{Pb}) = \frac{(m_1 - m_2) \times R}{m_0 \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $w(\text{Pb})$ ——铅的质量分数, %;

$m_1$ ——从工作曲线上查得试料溶液的铅量, mg;

$m_2$ ——从工作曲线上查得随同试料所作的空白试验溶液的铅量, mg;

$m_0$ ——试料的质量, g;

$R$ ——稀释系数。6.4.3 中两种情况的  $R$  值分别为 1 和 5。

## 8 允许差

实验室之间的分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

铅的质量分数	允许差
0.005~0.010	0.002
>0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.250~0.500	0.020
>0.500~1.000	0.030
>1.000~1.500	0.035

附 录 A  
(提示的附录)  
仪器工作条件

使用 PE-3030 型原子吸收光谱仪测定铅量的工作条件如表 A1。

表 A1

波长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm	观测高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
283.3	6	0.2	10	15.5	2.0

---