

表 2

钾的质量分数/%	允许差/%
0.005 0~0.020	0.002
>0.020~0.10	0.008
>0.10~0.50	0.05
>0.50~1.00	0.08

9 质量控制与保证

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。

铝中间合金化学分析方法 第 10 部分:钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of aluminum hardeners—
Part 10: Determination of potassium content —
Flame atomic absorption spectrometric method



YS/T 807.10-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-24403

定价: 14.00 元

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行业标 准
铝中间合金化学分析方法
第 10 部分:钾含量的测定
火焰原子吸收光谱法
YS/T 807.10—2012

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2013 年 2 月第一版 2013 年 2 月第一次印刷

书号:155066·2-24403 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 25.0 mL 铝溶液(3.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.2 适用于 0.020%~0.10%钾的质量分数:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 铝溶液(3.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.3 适用于 0.10%~0.50%钾的质量分数:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 铝溶液(3.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.4 适用于 0.50%~1.0%钾的质量分数:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 铝溶液(3.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 测量

将系列标准溶液(6.5.1)于原子吸收光谱仪波长 766.5 nm 处,采用空气-乙炔火焰,以水调零,测量钾的吸光度。以钾量为横坐标,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 分析结果的计算

钾含量以钾的质量分数 $w(K)$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w(K) = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_0 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——自工作曲线上查得试料溶液的钾量,单位为毫克(mg);
- m_2 ——自工作曲线上查得的随同试料所作空白试验溶液的钾量,单位为毫克(mg);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g);
- V_1 ——移取试液的体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 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)按以下数据采用线性内插法求得。

钾的质量分数/%:	0.011	0.061	0.288	0.755
重复性限 r /%:	0.001	0.006	0.039	0.050

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

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。

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 0.5 g 试样(第 5 章),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),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.2),待试料完全溶解后,加入 2 滴过氧化氢(3.3),低温加热至试样完全溶解,冷却至室温。

6.4.2 根据试料中钾的质量分数,按表 1 将试液(6.4.1)移入容量瓶中。

6.4.3 根据试料中钾的质量分数,按表 1 移取试液(6.4.2)于 100 mL 容量瓶中。加入 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

表 1

钾的质量分数/%	容量瓶体积/mL	分取试液(6.4.2)体积/mL
0.005 0~0.020	100	全用
>0.020~0.10	100	20.00
>0.10~0.50	250	10.00
>0.50~1.00	250	5.00

6.4.4 将随同试料所作的空白试验溶液(6.3)及根据试料中钾的质量分数而制备的试液(6.4.3)于原子吸收光谱仪波长 766.5 nm 处,采用空气-乙炔火焰,以水调零,测量钾的吸光度。从工作曲线上查出相应的钾量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 系列标准溶液的制备

6.5.1.1 适用于 0.005 0%~0.020% 钾的质量分数:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、

前 言

YS/T 807—2012《铝中间合金化学分析方法》分为 14 个部分:

- 第 1 部分:铁含量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 2 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法;
- 第 3 部分:镍含量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 4 部分:铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;
- 第 5 部分:铅含量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 6 部分:硼含量的测定 离子选择电极法;
- 第 7 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法;
- 第 8 部分:锑含量的测定 碘化钾分光光度法;
- 第 9 部分:铋含量的测定 碘化钾分光光度法;
- 第 10 部分:钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:铜含量的测定 硫代硫酸钠滴定法;
- 第 13 部分:钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;
- 第 14 部分:锶含量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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:中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:内蒙古霍煤鸿骏铝电有限公司、东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人:石磊、吴豫强、薛宁、张炜华、张艳秋、刘沙、邓素萍、崔爽。