

中华人民共和国国家标准

金属钙分析方法
8-羟基喹啉-三氯甲烷萃取
分光光度法测定铝

UDC 669.891
:543.06

GB 10267.4-88

Method for analysis of calcium metal
The determination of aluminium by oxine
chloroform extraction photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准叙述了金属钙中铝的测定原理，并规定了分析步骤，结果计算及方法精密度。

本标准适用于金属钙中铝的测定，测定范围：10~1 000 μg/g，杂质允许量 (mg/g)，Fe 1.5，Cu 3.0，Mn 1.0，Ni 1.0，Cr 0.3，Co 0.3，Mg 10.0。

2 方法提要

试样用盐酸 (1 + 1) 溶解后，加入乙酸钠，铜试剂，调节 pH 值为 5.6~6.0，以三氯甲烷萃取分离铁，镍，铜，锰等杂质，再加入 8-羟基喹啉-三氯甲烷萃取铝，然后对有机相在分光光度计上，390 nm 处测量其吸光度。

3 仪器

3.1 分光光度计 (能选用 390 nm 波长)。

3.2 酸度计 (pH 值的误差不大于 0.1)。

3.3 玻璃电极。

3.4 甘汞电极。

4 试剂

本标准所用试剂除注明者外均为分析纯。水为去离子水。

4.1 三氯甲烷。

4.2 无水硫酸钠。

4.3 盐酸 (1 + 1) 优级纯，密度 = 1.19 g/cm³。

4.4 乙酸钠溶液 25% (m/V)；

4.5 铜试剂溶液 3% (m/V) (二乙基二硫代氨基甲酸钠)：

取 3 g 铜试剂于 100 mL 烧杯中，加入 30 mL 水溶解后，过滤于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度。现用现配。

4.6 氢氧化钠溶液 25% (m/V) (优级纯)。

4.7 8-羟基喹啉-三氯甲烷溶液 0.5% (m/V)：

称取 0.5 g 8-羟基喹啉于 100 mL 烧杯中，加入 40 mL 三氯甲烷溶解后，过滤于 100 mL 容量瓶中，以三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。现用现配。

GB 10267.4—88

4.8 铝标准溶液

称取0.100 0g 铝丝(含铝99.97%以上)于200 mL烧杯中,加入10 mL盐酸(1+1)和1 mL硝酸(1+1)盖上表面皿,加热溶解,放至室温后移入1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度,混匀,该铝的标准溶液为0.1 mg/mL。进一步稀释到20 μg/mL。

5 标准曲线的绘制

5.1 取六只50 mL烧杯,分别加入铝标准溶液0, 10.0, 30.0, 50.0, 70.0, 90.0 μg, 10 mL水, 10 mL乙酸钠(4.4), 4 mL铜试剂溶液(4.5)在酸度计上用盐酸(4.3)和氢氧化钠溶液(4.6)调节pH值为5.6~6.0,然后移入100 mL分液漏斗中,加入5 mL三氯甲烷(4.1),萃取1 min,放置待分层后,弃去有机相。反复加入三氯甲烷5 mL萃取杂质,直至有机相为无色为止(做标准曲线两次即可)。然后准确加入15.0 mL 8-羟基喹啉-三氯甲烷溶液(4.7),萃取1 min,放置待分层后,将有机相放入含0.5 g无水硫酸钠并干燥的50 mL容量瓶内,振荡10 s,以三氯甲烷(4.1)作参比溶液,用0.5 cm比色皿,在分光光度计上选390 nm波长测量吸光度,将含铝标准测得的吸光度值减去试剂空白后所得的吸光度值绘制标准曲线。

6 操作步骤

6.1 试样溶液的准备

称取金属钙样品1~5 g,准确到0.001 g,置于250 mL塑料烧杯中,缓慢加入盐酸(4.3)(必要时要冷水浴),使其全部溶解,冷却后,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.2 空白值测定

在分析试样时,同时要测定试剂空白值。

6.3 测定步骤

移取试样(6.1)(可根据试样中含铝量确定移取量)于50 mL烧杯中,以水稀释至10 mL左右,以下同绘制标准曲线(5.1)的操作。

7 分析结果计算

按下式计算铝含量

$$C = \frac{m_1}{m_0}$$

式中: C ——铝含量, μg/g;

m_1 ——试样测得的吸光度值减去试剂空白吸光度值后从标准曲线查得铝的量, μg;

m_0 ——分取试样量, g。

8 方法精密度

水平值 m μg/g	重复性 r μg/g	再现性 R μg/g
155.6	22.2	66.2
182.0	43.8	97.7

附加说明:

本标准由中华人民共和国核工业部核燃料局提出。

本标准由国营二〇二厂负责起草。

 **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686