



中华人民共和国国家标准

GB/T 10267.3—2008
代替 GB/T 10267.3—1988

金属钙分析方法 第3部分：原子吸收分光光度法直接测定 铁、镍、铜、锰、镁

Methods for analysis of calcium metal—
Part 3: Direct determination of iron, nickel, copper, manganese and
magnesium in calcium metal by atomic absorption spectrophotometry

2008-07-02 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 10267《金属钙分析方法》分为以下五个部分：

- 第 1 部分：氯离子选择性电极法测定氯；
- 第 2 部分：微量硅的光度法测定；
- 第 3 部分：原子吸收分光光度法直接测定铁、镍、铜、锰、镁；
- 第 4 部分：8-羟基喹啉-三氯甲烷萃取分光光度法测定铝；
- 第 5 部分：蒸馏-奈斯勒试剂光度法测定氮。

本部分为 GB/T 10267 的第 3 部分。

本部分代替 GB/T 10267.3—1988《金属钙分析方法 原子吸收法直接测定铁、镍、铜、锰、镁》。

本部分与 GB/T 10267.3—1988 相比，主要差异如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 将盐酸溶样改为硝酸溶样；
- 将自配标准储备溶液改为标准溶液；
- 调整了测定范围；
- 调整了标准溶液和试样溶液的浓度。

本部分由中国核工业集团公司提出。

本部分由全国核能标准化技术委员会(SAC/TC 58)归口。

本部分起草单位：中核北方核燃料元件有限公司。

本部分主要起草人：冯海宁、李爱军、赵海生、迟新国。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 10267.3—1988。

金属钙分析方法

第3部分：原子吸收分光光度法直接测定 铁、镍、铜、锰、镁

1 范围

GB/T 10267 的本部分规定了金属钙中铁、镍、铜、锰、镁的测定方法。

本部分适用于用电解蒸馏法制备的金属钙中铁、镍、铜、锰、镁的测定。

测定下限：铁 20 $\mu\text{g/g}$ ；镍 20 $\mu\text{g/g}$ ；铜 10 $\mu\text{g/g}$ ；镁 20 $\mu\text{g/g}$ ；锰 10 $\mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 10267 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 4864 金属钙及其制品

3 原理

金属钙试样用硝酸溶解，并根据待测元素含量适当进行稀释，在选定的条件下，采用背景校正和基体匹配法，用原子吸收分光光度计直接进行待测元素的测定。产品中共存元素浓度上限的 2 倍不影响测定。

4 试剂

除非另有说明，本方法所用水均为去离子水，所用试剂均为分析纯试剂。

- 4.1 基准氧化钙：99.99%。
- 4.2 硝酸：1+1，用优级纯硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）与水进行配制。
- 4.3 铁标准溶液： $\rho(\text{Fe})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ ，2% HNO_3 介质，市售。
- 4.4 镍标准溶液： $\rho(\text{Ni})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ ，2% HNO_3 介质，市售。
- 4.5 铜标准溶液： $\rho(\text{Cu})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ ，2% HNO_3 介质，市售。
- 4.6 锰标准溶液： $\rho(\text{Mn})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ ，2% HNO_3 介质，市售。
- 4.7 镁标准溶液： $\rho(\text{Mg})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ ，2% HNO_3 介质，市售。
- 4.8 铁、镍、铜、锰的混合标准溶液：分别取 4.3、4.4、4.5、4.6 标准溶液各 1.00 mL，置于 100 mL 容量瓶中，加 2 mL 硝酸（4.2），用水稀释至刻度混匀，备用，此溶液中铁、镍、铜、锰的浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.9 镁元素标准溶液： $\rho(\text{Mg})=4\ \mu\text{g/mL}$ 。取 10.00 mL 镁标准溶液（4.7），置于 100 mL 容量瓶中，加 2 mL 硝酸（4.2），用水稀释至刻度混匀配成 100 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液，再取 2 mL 100 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液于 50 mL 容量瓶中，加 1 mL 硝酸（4.2），用水稀释至刻度混匀，备用。
- 4.10 钙基体溶液： $\rho(\text{Ca})=100\ \text{mg/mL}$ 。称取 14.00 g 基准氧化钙（4.1）置于 200 mL 烧杯中，用 10 mL 硝酸（3.2）溶解转入 100 mL 容量瓶中，加 2 mL 硝酸（4.2），用水稀释至刻度混匀。
- 4.11 钙基体溶液： $\rho(\text{Ca})=20\ \text{mg/mL}$ 。取 10 mL 钙基体溶液（4.10）于 50 mL 容量瓶中，加 1 mL 硝酸（4.2），用水稀释至刻度混匀。