



中华人民共和国国家标准

GB/T 10267.1—2025

代替 GB/T 10267.1—1988

金属钙分析方法 第 1 部分：氯离子选择性电极法测定氯

Methods for analysis of calcium metal—Part 1: Determination of chlorine
by chloride selective electorode method

2025-08-01 发布

2026-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂或材料 1

6 仪器设备 2

7 样品 2

8 试验步骤 2

9 试验数据处理 3

10 精密度..... 3

11 质量保证和控制..... 3

12 试验报告..... 3

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 10267《金属钙分析方法》的第1部分。GB/T 10267 已经发布了以下部分：

- 第1部分：氯离子选择性电极法测定氯；
- 第2部分：光度法测定微量硅；
- 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。

本文件代替 GB/T 10267.1—1988《金属钙分析方法 氯离子选择性电极法测定氯》，与 GB/T 10267.1—1988 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了“范围”中氯的测定范围(见第1章,1988年版的第1章)；
- b) 更改了“原理”中 pH 的范围(见第4章,1988年版的第2章)；
- c) 更改了“试剂或材料”中实验室用水的要求(见第5章,1988年版的第3章)；
- d) 增加了“氯标准储备溶液”中使用标准物质/标准样品的相关内容(见 5.13)；
- e) 增加了“样品”中对样品状态的要求(见 7.1)；
- f) 更改了“精密度”中相关内容的表述(见第10章,1988年版的第7章)；
- g) 增加了“质量保证和控制”相关内容的表述(见第11章)；
- h) 增加了“试验报告”相关内容的表述(见第12章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国核能标准化技术委员会(SAC/TC 58)提出并归口。

本文件起草单位：中核北方核燃料元件有限公司、四川红华实业有限公司、中核四〇四有限公司、汉中锌业特种材料有限公司。

本文件主要起草人：李清超、杨永明、刘逸波、李佳佳、张瑞娟、刘新春、刘毅、赵晟璐、杨利春、纪秋宇、申亚男、贾凌宇、王玉敏、王伟杰、龙高旭、曹鹏。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1988年首次发布为 GB/T 10267.1—1988；
- 本次为第一次修订。

引 言

本文件是我国金属钙检测领域的重要标准,自 1988 年发布以来,为金属钙中氯含量的测定提供了科学依据,广泛应用于核行业、冶金及新材料研发等领域。

GB/T 10267《金属钙分析方法》旨在给出金属钙化学成分的分析方法,拟由 5 个部分组成。

- 第 1 部分:氯离子选择性电极法测定氯。目的在于确立金属钙中氯含量的测定方法。
- 第 2 部分:光度法测定微量硅。目的在于确立金属钙中硅含量的测定方法。
- 第 3 部分:原子吸收分光光度法直接测定铁、镍、铜、锰、镁。目的在于确立金属钙中铁、镍、铜、锰、镁含量的直接测定方法。
- 第 4 部分:8-羟基喹啉-三氯甲烷萃取分光光度法测定铝。目的在于确立金属钙中铝含量的测定方法。
- 第 5 部分:蒸馏-奈斯勒试剂光度法测定氮。目的在于确立金属钙中氮含量的测定方法。

随着分析技术进步、检测精度要求的提升,原标准在方法适用性、操作规范等方面需进一步优化。金属钙在核反应堆包壳材料、高强合金等高端领域的应用,对氯含量的控制提出更严苛的要求,方法检测下限需下延,氯标准储备溶液增加直接采购有证国家标准溶液的方式,规范标准中用水和样品状态的要求,离子选择性电极分析方法测定氯含量操作简便,体现了行业发展的最新水平,分析方法满足各种工艺生产的金属钙产品,检测方法科学可靠。

金属钙分析方法

第 1 部分:氯离子选择性电极法测定氯

1 范围

本文件描述了氯离子选择性电极法测定金属钙中氯的分析方法。

本文件适用于金属钙中氯的测定。测定范围:100 $\mu\text{g/g}$ ~5 000 $\mu\text{g/g}$ 。杂质允许量:Cr、Fe、Al、Ni、Mn 和 Si 均为 1 mg,Cu 4 mg,Mg 6 mg。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经水和硝酸溶解后,转化成硝酸盐,以硝酸钠溶液为离子强度剂,在 pH 值 4~8 的条件下,用氯离子选择性电极测定样品中氯的含量。

5 试剂或材料

除非另有说明,分析时所用试剂均为满足国家标准的优级纯试剂,分析用水为满足电导率 $\leq 0.10 \text{ mS/m}$ (25 $^{\circ}\text{C}$)的去离子水。

5.1 硝酸: $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ 。

5.2 氢氧化钠。

5.3 硝酸钠:分析纯。

5.4 碳酸钙:光谱纯。

5.5 氯化钠:光谱纯,使用前需在 500 $^{\circ}\text{C}$ ~600 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 40 min~50 min。

5.6 无水乙醇:分析纯。

5.7 硝酸溶液: $\varphi(\text{HNO}_3)=50\%$,由硝酸(5.1)与水配制而成。

5.8 硝酸溶液: $\varphi(\text{HNO}_3)=5\%$,由硝酸(5.1)与水配制而成。

5.9 硝酸钠溶液: $c(\text{NaNO}_3)=5 \text{ mol/L}$,称取 212.5 g 硝酸钠(5.3),加水溶解,用水定容至 500 mL。

5.10 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH})=200 \text{ g/L}$,由氢氧化钠(5.2)与水配制而成。

5.11 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH})=50 \text{ g/L}$,由氢氧化钠(5.2)与水配制而成。

5.12 基体钙溶液: $\rho(\text{Ca})=0.1 \text{ g/mL}$ 。

称取 125 g 碳酸钙(5.4)于 300 mL 塑料杯中,加水润湿,缓慢地加硝酸溶液 1(5.7)使其刚溶解完,冷却,转入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。