



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.7—2004
代替 GB/T 12689.7—1990

锌及锌合金化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys
—The determination of magnesium content
—The flame atomic absorption spectrometric method

(ISO 3750:1976, Zinc alloys—Determination of magnesium content
—Atomic absorption method, MOD)

2004-04-30 发布

2004-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 7 部分。

本部分是对 GB/T 12689.7—1990《锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量》的修订。

本部分修改采用 ISO 3750—1976《锌合金中镁量的测定 原子吸收光谱法》,只对文本格式进行修改。

本部分与 GB/T 12689.7—1990 相比,主要有如下变动:

——对文本格式进行了修改,补充了精密度与质量保证和控制条款;

本部分代替 GB/T 12689.7—1990。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂起草。

本部分由株洲冶炼集团公司、葫芦岛有色集团公司、水口山有色金属公司、白银公司西北铅锌冶炼厂参加起草。

本部分主要起草人:刘彻、张铁岩。

本部分主要验证人:张毅、赵丹、杨亚萍、陶明。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12689.7—1990。

锌及锌合金化学分析方法

镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中镁含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中镁含量的测定。测定范围：0.010%~0.20%。

2 方法原理

试料用盐酸—硝酸混合酸溶解，在稀盐酸介质中，以镧盐抑制铝的干扰，用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处，测量镁的吸光度。

3 试剂

分析用水为二次蒸馏水。

3.1 市售试剂

3.1.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.1.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸—硝酸混合酸：将 180 mL 盐酸(3.1.1)和 4 mL 硝酸(3.1.2)混合。

3.2.2 镧溶液(50 g/L)：称取 29.5 g 氧化镧于 400 mL 烧杯中，加入 25 mL 盐酸(3.1.1)，加热溶解完全，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.2.3 锌基体溶液(10 mg/mL)：称取 10 g 金属锌(\geq 99.99%)于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水、60 mL 盐酸—硝酸混合酸(3.2.1)，加热溶解完全，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.2.4 铝基体溶液(1 mg/mL)：称取 1.00 g 金属铝(\geq 99.99%)于 400 mL 烧杯中，加少量盐酸(3.1.1)，加热溶解完全，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.3 标准溶液

3.3.1 镁标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属镁(\geq 99.99%)于 400 mL 烧杯中，加 20 mL 水、5 mL 盐酸(3.1.1)，加热溶解完全，冷却至室温，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 镁。

3.3.2 镁标准溶液：移取 10.00 mL 镁标准贮存溶液(3.3.1)于 1 000 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.1.1)用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镁。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，镁的特征浓度应不大于 0.005 μ 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”浓度标准溶液)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0.8。

——原子吸收光谱仪的参考工作条件:波长 285.2 nm;灯电流 3.0 mA;贫燃火焰,在原子化区测定。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

镁含量(质量分数)/%	试料/g
0.010~0.025	5.000
>0.025~0.050	2.500
>0.050~0.10	1.000
>0.10~0.20	0.500

5.2 空白试验

称取与试料相同的基体锌和铝,随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 水、40 mL 盐酸—硝酸混合酸(3.2.1),加热溶解完全,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 分取 10.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,补加 4 mL 盐酸(3.1.1)和 5 mL 镉溶液(3.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处,以水调零,测量镁的吸光度,减去试料空白溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的镁浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mL 镁标准溶液(3.3.2),置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入与试料相应的锌基体溶液(3.2.3)与铝基体溶液(3.2.4),并分别加入 4 mL 盐酸(3.1.1)和 5 mL 镉溶液(3.2.2),用水稀释至刻度,混匀。该标准溶液对应的镁的浓度为 0、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.4.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处,以水调零,测量标准系列溶液的吸光度,减去标准系列溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以镁的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算镁含量 $w(\text{Mg})$:

$$w(\text{Mg})(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^6}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中:

c ——自工作曲线上查得的镁浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至二位小数,若镁含量小于 0.10% 时表示至三位小数。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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)按表2数据采用线性内插法求得:

表 2

$w(\text{Mg})/\%$	0.010	0.035	0.070	0.16
$r/\%$	0.001	0.003	0.005	0.01

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得:

表 3

$w(\text{Mg})/\%$	0.010	0.035	0.070	0.16
$R/\%$	0.002	0.004	0.010	0.02

注:重复性(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

再现性(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。