



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.3—2005

---

## 镁及镁合金化学分析方法 锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys  
—Determination of lithium content  
—Flame atomic absorption spectrometric method

2005-07-26 发布

2006-01-01 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

本标准共分为 19 部分,包括 20 个元素的 25 项化学分析方法。

本标准是对 GB/T 13748.1~13748.10—1992 的修订,本次修订主要有如下变化:

- 根据新的国家标准 GB/T 3499—2003《原生镁锭》、GB/T 5153—2004《变形镁及镁合金牌号和化学成分》、GB/T 19078—2003《铸造镁合金锭》以及相关的国际标准和国外标准的规定,本次修订新增分析方法 12 项,其中增加了 10 个元素的分析方法,分别为:Sn(GB/T 13748.2)、Li(GB/T 13748.3)、Y(GB/T 13748.5)、Ag(GB/T 13748.6)、Pb(GB/T 13748.13)、Ca(GB/T 13748.16)、K 和 Na(GB/T 13748.17)、Cl(GB/T 13748.18)、Ti(GB/T 13748.19),以及锰含量的测定(GB/T 13748.4 的方法三)、高含量铜的测定(GB/T 13748.12 的方法二)、低含量锌的测定(GB/T 13748.15 的方法二)。
- 重新起草了锆天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法测定铝含量(GB/T 13748.2 的方法二)、重量法测定稀土含量(GB/T 13748.8)。
- 对二甲苯酚橙分光光度法测定铝含量进行了修订并扩展了测定范围(GB/T 13748.7)。
- 扩展了锰(GB/T 13748.4 的方法一)、铁(GB/T 13748.9)、硅(GB/T 13748.10)、铍(GB/T 13748.11)、铜(GB/T 13748.12)、镍(GB/T 13748.14)等元素的测定范围。
- 《8-羟基喹啉分光光度法测定铝含量》(GB/T 13748.1 的方法一)、《8-羟基喹啉重量法测定铝含量》(GB/T 13748.1 方法三)、《高碘酸盐分光光度法测定锰含量方法二》(GB/T 13748.4 的方法二)、《火焰原子吸收光谱法测定锌含量》(GB/T 13748.15)为编辑性整理后予以确认的方法。

本标准修订后代替了 GB/T 4374—1984《镁粉和铝镁合金粉化学分析方法》中的相关部分,即 GB/T 13748.9、GB/T 13748.10、GB/T 13748.12、GB/T 13748.18 分别代替 GB/T 4374.2—1984、GB/T 4374.3—1984、GB/T 4374.1—1984、GB/T 4374.5—1984。

本标准共有 7 个部分的 9 项分析方法非等效采用国际标准,分别为:

- GB/T 13748.1:NEQ ISO 791:1973;
- GB/T 13748.4:NEQ ISO 2353:1972、ISO 809:1973、ISO 810:1973;
- GB/T 13748.8:NEQ ISO 2355:1972;
- GB/T 13748.9:NEQ ISO 792:1973;
- GB/T 13748.10:NEQ ISO 1975:1973;
- GB/T 13748.14:NEQ ISO 4058:1977;
- GB/T 13748.15:NEQ ISO 4194:1981。

本标准中采用国际标准的各部分,其标准名称和标准文本结构为了与系列标准协调一致,均与所采用的国际标准不完全相同。

本标准代替 GB/T 13748.1~13748.10—1992。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由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负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、北京有色金属研究总院、洛阳铜加工集团有限责任公司

GB/T 13748.3—2005

司、抚顺铝厂、西南铝业(集团)有限责任公司、东北轻合金有限责任公司起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748.1~13748.10—1992、GB/T 4374.1~4374.3—1984、GB/T 4374.5—1984。

## 前 言

GB/T 13748—2005 分为 19 部分,本部分为第 3 部分。

GB/T 13748—1992 中没有镁合金中锂含量的测定方法,国际标准中也没有相应的测定方法。由于目前一些镁合金军工产品中需加入锂作为主成分或杂质元素控制其含量,因此新制定了锂含量的测定方法。

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负责起草。

本部分由西南铝业(集团)有限责任公司起草。

本部分由抚顺铝厂、洛阳铜加工集团有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:胡永利、蒋萍、彭斌、朱学纯、邓兰洪。

本部分主要验证人:刘淑兰、韩莉、张辉。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

# 镁及镁合金化学分析方法

## 锂含量的测定

### 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本部分规定了镁合金中锂含量的测定方法。

本部分适用于镁合金中锂含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.250%。

#### 2 方法提要

试料用硝酸溶解,以空气-乙炔贫燃性火焰、于原子吸收光谱仪波长 670.8 nm 处测量锂的吸光度。

#### 3 试剂

3.1 纯镁[ $w(\text{Mg}) \geq 99.9\%$ ,不含锂]。

3.2 氢氟酸( $\rho 1.14 \text{ g/mL}$ )。

3.3 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 硝酸(1+9)。

3.6 过氧化氢( $\rho 1.10 \text{ g/mL}$ )。

3.7 硫酸(1+1)。

3.8 镁溶液(20 mg/mL):称取 20.00 g 纯镁(3.1),置于 2 000 mL 烧杯中,分次加入 600 mL 硝酸(3.4),加热至溶解完全(可加 1 滴汞助溶),冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

3.9 锂标准贮存溶液:称取 5.322 8 g 碳酸锂(光谱纯),置于 500 mL 烧杯中,缓慢加入 120 mL 硝酸(3.5),加热至溶解完全,并驱除二氧化碳,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 锂。

3.10 锂标准溶液:按下述方法之一制备。

3.10.1 移取 10.00 mL 锂标准贮存溶液(3.9)到 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 锂。

3.10.2 移取 10.00 mL 锂标准贮存溶液(3.9)到 200 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 锂。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪,附锂空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下述指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,锂的特征浓度应不大于  $0.018 \mu\text{g/mL}$ 。

——精密性:用最高浓度的标准溶液测量吸光度 10 次,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(不是零标准溶液)测量吸光度 10 次,其标准偏差应不超过平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成三段,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

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(5),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 金属镁(3.1)代替试料(6.1),随同试料作空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 硝酸(3.4),待剧烈反应停止后,加热至溶解完全,可加数滴过氧化氢(3.6)溶解。

6.4.2 如有不溶物,过滤洗涤,将残渣连同滤纸置于铂坩埚上,灰化,于 550°C 灼烧,冷却。加 2 mL 硫酸(3.7),5 mL 氢氟酸(3.2),并逐滴加入硝酸(3.4)至溶液清亮,加热蒸至近干,于 750°C 灼烧数分钟,冷却。用少量的硝酸(3.4)溶解残渣,必要时过滤,将此试液合并于滤液中。

6.4.3 根据锂的质量分数不同,按表 1 进行试料的处理,于原子吸收分光光度计 670.8 nm 处,以空气-乙炔贫燃性火焰测量吸光度。

表 1 试料的处理

锂的质量分数/%	试液体积/mL	移取试液体积/mL	稀释体积/mL
0.002 0~0.010 0	100	—	—
>0.010 0~0.050	500	—	—
>0.050~0.250	250	10	100

### 6.5 工作曲线的绘制

#### 6.5.1 标准系列溶液的制备:

6.5.1.1 适用于锂的质量分数为 0.002 0%~0.010 0%的测定:于一系列 100 mL 容量瓶中分别加入 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 锂标准溶液(3.10.1),各加入 25 mL 镁溶液(3.8)及 2 mL 硝酸(3.4),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.2 适用于锂的质量分数为 0.010 0%~0.050%的测定:于一系列 100 mL 容量瓶中分别加入 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 锂标准溶液(3.10.2),各加入 25 mL 镁溶液(3.8)及 2 mL 硝酸(3.4),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.3 适用于锂的质量分数为 0.050%~0.250%的测定:于一系列 100 mL 容量瓶中分别加入 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 锂标准溶液(3.10.1),各加入 1 mL 镁溶液(3.8)及 2 mL 硝酸(3.4),以水稀释至刻度,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 670.8 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量系列标准溶液和“零浓度”溶液(不加锂标准溶液者)的吸光度。以锂量为横坐标,对应的吸光度(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

按公式(1)计算锂的质量分数(%):

$$w(\text{Li}) = \frac{(m_2 - m_1) \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_2$ ——从工作曲线上查得试料溶液的锂量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_1$ ——从工作曲线上查得随同试样空白试验溶液锂量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试液体积,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,这两个测试的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )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:

锂的质量分数/%:	0.005	0.020	0.150
重复性限 $r$ /%:	0.002	0.003	0.007

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列的允许差。

表2 允许差

锂的质量分数/%	允许差/%
0.002 0~0.005 0	0.000 4
>0.005 0~0.007 5	0.000 8
>0.007 5~0.010	0.001
>0.010~0.025	0.002
>0.025~0.050	0.004
>0.050~0.075	0.006
>0.075~0.100	0.008
>0.100~0.250	0.015

## 9 质量保证与控制

在分析时,应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。