

ICS 77.120.10  
H 12



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.16—2008  
代替 GB/T 6987.16—2001, GB/T 6987.17—2001

## 铝及铝合金化学分析方法 第 16 部分:镁含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—  
Part 16: Determination of magnesium

2008-03-31 发布

2008-09-01 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



数码防伪

## 前　　言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 3 部分:铜含量的测定
- 第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- 第 5 部分:硅含量的测定
- 第 6 部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 8 部分:锌含量的测定
- 第 9 部分:锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:锡含量的测定
- 第 11 部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:钛含量的测定
- 第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胺分光光度法
- 第 14 部分:镍含量的测定
- 第 15 部分:硼含量的测定
- 第 16 部分:镁含量的测定
- 第 17 部分:锶含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 18 部分:铬含量的测定
- 第 19 部分:锆含量的测定
- 第 20 部分:镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法
- 第 21 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 22 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法
- 第 23 部分:锑含量的测定 碘化钾分光光度法
- 第 24 部分:稀土总含量的测定
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为第 16 部分,对应于 ISO 2297:1973《铝及铝合金——络合滴定法测定镁量》和 ISO 3256:1977《铝及铝合金——镁量的测定——原子吸收分光光度法》,一致性程度为修改采用。

本部分“方法一”修改采用国际标准 ISO 2297:1973《铝及铝合金——络合滴定法测定镁量》,在资料性附录 A 中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表;在资料性附 B 中列出了本部分和对应的国际标准技术性差异。

本部分“方法二”修改采用国际标准 ISO 3256:1977《铝及铝合金——镁量的测定——原子吸收分光光度法》,在资料性附录 C 中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表;在资料性附 D 中列出了本部分和对应的国际标准技术性差异。

本部分代替 GB/T 6987.16—2001《铝及铝合金化学分析方法 CDTA 滴定法测定镁量》和 GB/T 6987.17—2001《铝及铝合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量》。本次修订将

**GB/T 20975.16—2008**

GB/T 6987.17—2001 的相关内容纳入本部分。

本部分与 GB/T 6987.16—2001 相比主要变化如下：

——将 GB/T 6987.17—2001 的内容作为本部分的“方法二”，并将测定范围由 0.005 0%～5.00%

扩至 0.002 0%～5.00%，同时增加了 0.005 g/L 镁标准溶液的配制方法；

——增加了“重复性”和“质量保证与控制”条款。

本部分的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 是资料性附录。

本部分的“方法二：原子吸收分光光度法”为镁含量在 0.002%～5.0% 的铝及铝合金仲裁方法，“方法一：CDTA 滴定法”为镁含量在 5.0%～12.0% 的铝及铝合金仲裁方法。

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。

本部分由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一起草单位：东北轻合金有限责任公司。

本部分方法二起草单位：中国铝业贵州分公司。

本部分方法一主要起草人：李庆玉、施立新、张红霞、李志云、席欢、葛立新、范顺科。

本部分方法二主要起草人：袁艺、罗维、钟世华、席欢、马存真、朱玉华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.16—1986、GB/T 6987.16—2001；

——GB/T 6987.17—1986、GB/T 6987.17—2001。

# 铝及铝合金化学分析方法

## 第 16 部分:镁含量的测定

### 方法一: CDTA 滴定法

#### 1 范围

本部分规定了铝及铝合金中镁含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中镁含量的测定。测定范围:0.100%~12.00%。

#### 2 方法提要

试料以盐酸溶解,过滤回收残渣中镁。在过氧化氢、氰化钾和少量铁的存在下,以氢氧化钠沉淀镁并与大量铝、锌、铜、镍和铬分离。以盐酸溶解沉淀,在高锰酸钾存在下,以氧化锌沉淀分离少量铁、锰、铝和钛。试液以甲基麝香草酚蓝做指示剂。用 CDTA 标准溶液滴定镁。

#### 3 试剂

- 3.1 氧化锌。
- 3.2 氢氟酸( $\rho$  1.14 g/mL)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 盐酸(1+5)。
- 3.5 盐酸(约 0.05 mol/L)。
- 3.6 硝酸(2+3)。
- 3.7 硫酸(1+3)。
- 3.8 过氧化氢( $\rho$  1.10 g/mL)。
- 3.9 氨水( $\rho$  0.90 g/mL)。
- 3.10 氨水(1+1)。
- 3.11 氨水(1+13)。
- 3.12 氢氧化钠溶液(240 g/L)。贮于塑料瓶中。
- 3.13 氢氧化钠溶液(20 g/L)。贮于塑料瓶中。
- 3.14 氰化钾溶液(250 g/L)。用时现配。剧毒,使用时注意。
- 3.15 溴水(饱和溶液)。
- 3.16 三氯化铁溶液(1 mg/mL):称取 0.48 g 三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{HO}$ )溶于 16 mL 盐酸(3.4)中,以水稀释至 100 mL,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。
- 3.17 盐酸羟胺溶液(18 g/L)。
- 3.18 高锰酸钾溶液(10 g/L)。
- 3.19 乙醇(1+3)。
- 3.20 乙二醇-双(3-氨基乙醚)四乙酸(EGTA)溶液(0.05 mol/L):称取 1.9 g EGTA 溶于 25 mL 氢氧化钠溶液(3.13)中,以水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.21 甲基麝香草酚蓝指示剂:称取 0.1 g 甲基麝香草酚蓝与 10 g 氯化钠研细,混匀。
- 3.22 镁标准溶液:称取 1.000 0 g 镁(99.95%以上)置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,分次加入总量为 30 mL 盐酸(3.3),待完全溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL

## GB/T 20975.16—2008

含 1 mg 镁。

3.23 镁标准溶液: 移取 100.0 mL 镁标准溶液(3.22)于 500 mL 容量瓶中, 加入 6 mL 盐酸(3.3)以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 镁。

3.24 1,2-环己二胺四乙酸(CDTA)标准溶液(0.035 mol/L)。

3.24.1 制备: 称取 12.75 g CDTA 置于 1 000 mL 烧杯中, 加入约 500 mL 水, 加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.12), 搅拌数分钟。加入 10 mL~15 mL 氢氧化钠溶液(3.12)使其完全溶解。以水稀释至约 800 mL, 用慢速滤纸过滤于 1 000 mL 容量瓶中, 以水洗涤并稀释至刻度, 混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

3.24.2 标定: 移取 25.00 mL 镁标准溶液(3.22)于 500 mL 锥形烧杯中, 加入 5 g 氯化铵, 以水稀释至约 250 mL, 加入 100 mL 氨水(3.9), 冷却, 加入 0.05 g~0.1 g 甲基麝香草酚蓝指示剂(3.21), 用 CDTA 标准溶液(3.24.1)滴定至溶液从蓝色变为浅灰色(实际无色), 过量 2 滴颜色不变为终点。

3.24.3 按式(1)计算 CDTA 标准溶液对镁的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \times V_1}{M \times V_2} \quad (1)$$

式中:

$c$ —CDTA 标准溶液(3.24.1)对镁的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

$c_0$ —镁标准溶液(3.22)的浓度, 单位为克每升(g/L);

$V_1$ —移取的镁标准溶液(3.22)的体积, 单位为毫升(mL);

$V_2$ —标定时所消耗的 CDTA 标准溶液(3.24.1)的体积, 单位为毫升(mL);

$M$ —镁的摩尔质量, 24.305 g/mol。

3.25 1,2-环己二胺四乙酸(CDTA)标准溶液(0.01 mol/L)。

3.25.1 制备: 称取 3.64 g CDTA 置于 1 000 mL 烧杯中, 加入约 500 mL 水, 加入 5 mL 氢氧化钠溶液(3.12), 搅拌数分钟。加入 10 mL~15 mL 氢氧化钠溶液(3.12)使其完全溶解。以水稀释至约 800 mL, 用慢速滤纸过滤于 1 000 mL 容量瓶中, 以水洗涤并稀释至刻度, 混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

3.25.2 标定: 分取 30.00 mL 镁标准溶液(3.23)于 500 mL 锥形烧杯中, 加入 5 g 氯化铵, 以水稀释至约 250 mL, 加入 100 mL 氨水(3.9), 冷却, 加入 0.05 g~0.1 g 甲基麝香草酚蓝指示剂(3.21), 用 CDTA 标准溶液(3.25.1)滴定至溶液从蓝色变为浅灰色(实际无色), 过量 2 滴颜色不变为终点。

3.25.3 按式(2)计算 CDTA 标准溶液对镁的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \times V_1}{M \times V_2} \quad (2)$$

式中:

$c$ —CDTA 标准溶液(3.25.1)对镁的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

$c_0$ —镁标准溶液(3.23)的浓度, 单位为克每升(g/L);

$V_1$ —移取的镁标准溶液(3.23)的体积, 单位为毫升(mL);

$V_2$ —标定时所消耗的 CDTA 标准溶液(3.25.1)的体积, 单位为毫升(mL);

$M$ —镁的摩尔质量, 24.305 g/mol。

#### 4 仪器

酸度计。

#### 5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 2.00 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

随同试料做试剂空白。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 400 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加约 50 mL 水, 缓慢加入 50 mL 盐酸(3.3), 待剧烈反应停止后, 加热使其完全溶解, 加入 10 mL 硝酸(3.6), 加热(但不煮沸)至氢气放尽, 煮沸 10 min。用热水洗涤表皿和杯壁并稀释体积至 150 mL~200 mL, 以慢速滤纸过滤, 用热盐酸(3.5)洗涤滤纸和残渣 8 次~10 次, 收集滤液和洗液于 400 mL 烧杯中。如有大量残渣, 则将滤纸连同残渣置于铂坩埚中, 烘干后于 550°C 灰化完全(不要燃着), 冷却。加入 2 mL 硫酸(3.7), 5 mL 氢氟酸(3.2), 逐滴加入硝酸(3.6)至溶液清亮。加热蒸发至除尽硫酸烟, 灼烧 10 min( $\leq 700^{\circ}\text{C}$ )。冷却。加入数毫升水和 1 mL~2 mL 盐酸(3.3), 加热使沉淀完全溶解(如混浊需过滤), 将此溶液合并于主试液中。

镁的质量分数 $\leq 1.5\%$ 时, 浓缩体积至约 100 mL, 全部用于测定。

镁的质量分数 $> 1.5\%$ 时, 将试液移入 200 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。按表 1 分取试液于 400 mL 烧杯中, 以水稀释体积至 100 mL。

表 1

镁的质量分数/%	试液体积/mL	分取试液体积/mL	相当于试料量/g
0.1~1.5	$\approx 100$	全部	2.000 0
$> 1.5\sim 3.5$	200	100.0	1.000 0
$> 3.5\sim 7.0$	200	50.00	0.500 0
$> 7.0\sim 12.0$	200	25.00	0.250 0

6.4.2 加入 5 mL 三氯化铁溶液(3.16)于试液(6.4.1)中, 将试液移入预先盛有 100 mL 或 70 mL 氢氧化钠溶液(3.12)的 400 mL 烧杯中, 混匀。加入 3 mL 或 2 mL 过氧化氢(3.8), 煮沸 5 min~10 min。取下。加入 7.5 mL 或 5 mL 氯化钾溶液(3.14)煮沸 5 min。用热水稀释体积至约为 270 mL 或 200 mL。盖上表皿保温(但不煮沸)不少于 20 min。以慢速滤纸过滤, 用热氢氧化钠溶液(3.13)洗涤沉淀和滤纸 5 次。保存烧杯。向滤液中加入 3 g 硫酸亚铁, 混匀后弃去。

6.4.3 用热的 50 mL 盐酸(3.4)和 2 mL 盐酸羟胺溶液(3.17)的混合液将沉淀洗入原烧杯中, 用热水充分洗涤并使体积小于 80 mL, 加热至试液清亮。滴加溴水(3.15)至溴的颜色保持不变并过量 3 mL, 煮沸除去过量溴, 以水稀释至体积约 70 mL, 冷却。

6.4.4 用氨水(3.10)调试液至 pH4, 再用氨水(3.11)调试液至 pH(4.4±0.2), 加热至沸, 加入 0.3 g 氧化锌(3.1)(先用水调成糊状后移入试液中), 混匀。滴加高锰酸钾溶液(3.18)至稳定的粉红色, 加热至沸。取下, 加入 2 mL 乙醇(3.19), 混匀。置于沸水浴上加热 5 min, 加入 2 mL 乙醇(3.19), 混匀。置于沸水浴上继续加热 10 min。以慢速滤纸过滤将试液过滤于 500 mL 锥形烧杯中, 用热水洗涤沉淀及滤纸 8 次。

6.4.5 将试液以水稀释至约 250 mL, 冷却。用氨水(3.10)调至微碱性(用试纸检查)。如试液无色, 加入 8 mL 氯化钾溶液(3.14), 如试液呈蓝色, 边搅拌边滴加氯化钾溶液(3.14)至试液变为无色并过量 8 mL。加入 1 mL EGTA 溶液(3.20)、100 mL 氨水(3.9)、0.05 g~0.1 g 甲基麝香草酚蓝指示剂(3.21)。搅拌, 用 CDTA 标准溶液[镁的质量分数 $\leq 0.5\%$ 时, 用 CDTA 标准溶液(3.25), 镁的质量分

GB/T 20975.16—2008

数>0.5%时,用CDTA标准溶液(3.24)滴定至试液从蓝色变为灰白色(实际上无色),过量2滴颜色不变为终点。

## 7 分析结果的计算

按式(3)计算镁的质量分数(%):

$$w(\text{Mg}) = \frac{M \times c \times (V_1 - V_0) \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中:

$M$ ——镁的摩尔质量,24.305 g/mol;

$c$ ——CDTA标准溶液(3.25或3.24)对镁的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——滴定时所消耗的CDTA标准溶液(3.25或3.24)的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白溶液所消耗的CDTA标准溶液(3.25或3.24)的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——与被滴定的试液相当的试料量,单位为克(g)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得。

镁的质量分数/%: 0.138      1.37      6.62      9.31

重复性限  $r$ /%: 0.009 3      0.073      0.11      0.15

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表2所列允许差。

表 2

镁的质量分数/%	允许差/%
0.100~0.250	0.015
>0.250~0.500	0.020
>0.500~0.750	0.025
>0.75~1.00	0.03
>1.00~3.00	0.07
>3.00~5.00	0.12
>5.00~7.00	0.14
>7.00~10.00	0.17
>10.00~12.00	0.20

## 9 质量控制与保证

分析时,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。

## 方法二：火焰原子吸收光谱法

### 10 范围

本部分规定了铝及铝合金中镁含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中镁含量的测定。测定范围:0.002 0%~5.00%。

### 11 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解,于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 或 279.6 nm 处,以一氧化二氮-乙炔(或在氯化锶存在下用空气-乙炔)贫燃性火焰进行镁量的测定。

### 12 试剂

12.1 铝(99.99%,不含镁)。

12.2 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

12.3 氢氟酸( $\rho$  1.14 g/mL)。

12.4 过氧化氢( $\rho$  1.10 g/mL)。

12.5 盐酸(1+1)。

12.6 硫酸(1+1)。

12.7 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.00 g 经酸洗的铝(12.1),置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 800 mL 的盐酸(12.5),加 1 滴汞助溶。待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,加入数滴过氧化氢(12.4),煮沸数分钟,分解过量的过氧化氢,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

12.8 铝溶液(1 mg/mL):移取 50.00 mL 铝溶液(12.7)于 1 000 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

12.9 氯化锶溶液(50 mg/mL):称取 76 g 氯化锶于 500 mL 烧杯中,加入 400 mL 水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。

注:若用一氧化二氮-乙炔火焰时,可不用此溶液。

12.10 镁标准贮存溶液:称取 1.000 g 镁(99.95%)置于 1 000 mL 锥形烧杯中,加入 200 mL 水和 30 mL 盐酸(12.5),待完全溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镁。

12.11 镁标准溶液:移取 50.00 mL 镁标准贮存溶液(12.10)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.05 mg 镁。

12.12 镁标准溶液:移取 10.00 mL 镁标准溶液(12.11)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.005 mg 镁。

### 13 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:

灵敏度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,镁的特征浓度应不大于 0.008  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

精密度: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”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 0.7。

## 14 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 15 分析步骤

### 15.1 试料

称取 0.50 g 试样(14), 精确至 0.000 1 g。

### 15.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

### 15.3 空白试验

称取 0.50 g 铝(12.1)代替试料(15.1), 随同试料做空白试验。

### 15.4 测定

15.4.1 将试料(15.1)置于 250 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 30 mL~40 mL 水, 分次加入总量为 20 mL 的盐酸(12.5), 待剧烈反应停止后, 缓慢加热至试料完全溶解, 滴加适量的过氧化氢(12.4), 煮沸 10 min 以分解过量的过氧化氢, 冷却。

15.4.2 如有不溶物, 过滤、洗涤。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中, 灰化(勿使滤纸燃着), 在约 550℃ 灼烧, 冷却。加入 2 mL 硫酸(12.6), 5 mL 氢氟酸(12.3), 滴加硝酸(12.2)至溶液清亮。加热蒸发至干, 于 700℃ 灼烧数分钟, 冷却。用尽量少的盐酸(12.5)溶解残渣(必要时过滤), 将此试液合并于原滤液中。

15.4.3 根据试料中镁含量分别按下述进行:

镁的质量分数在 0.002%~0.05% 时, 将试液(15.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入 250 mL 容量瓶中, 仅当用空气-乙炔火焰时加入 20 mL 氯化锶溶液(12.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

镁的质量分数在 >0.05%~0.25% 时, 将试液(15.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。移取 100.00 mL 此试液于 250 mL 容量瓶中, 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化锶溶液(12.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

镁的质量分数在 >0.25%~1.00% 时, 将试液(15.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。移取 25.00 mL 此试液于 250 mL 容量瓶中, 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化锶溶液(12.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

镁的质量分数在 >1.00%~5.00% 时, 将试液(15.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。移取 5.00 mL 此试液于 250 mL 容量瓶中。仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化锶溶液(12.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

15.4.4 将随同试料所做的空白试验溶液(15.3)和根据试料中镁含量而制备的试液(15.4.3)于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处或 279.6 nm 处, 用一氧化二氮-乙炔(或空气-乙炔)贫燃性火焰, 以水调零, 测量镁的吸光度。从工作曲线上查出相应的镁量。

### 15.5 工作曲线的绘制

#### 15.5.1 系列标准溶液的制备

##### 15.5.1.1 适用于质量分数为 0.002%~0.005% 镁含量

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液(12.12)分别置于一组 250 mL 容量瓶中各加入 25.0 mL 的铝溶液(12.7), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 20 mL 氯化锶溶液(12.9)以水稀释至刻度, 混匀。

##### 15.5.1.2 适用于质量分数为 0.005%~0.05% 镁含量

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液(12.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中各加入 25.0 mL 的铝溶液(12.7), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 20 mL 氯化锶

溶液(12.9)以水稀释至刻度，混匀。

#### 15.5.1.3 适用于质量分数为 0.05%~0.25% 镁含量

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液(12.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中,各加入 100 mL 的铝溶液(12.8),仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化锶溶液(12.9),以水稀释至刻度,混匀。

#### 15.5.1.4 适用于质量分数为 0.25%~1.00% 镁含量

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准的(12.11)溶液分别置于一组 250 mL 容量瓶中,各加入 25.0 mL 的铝溶液(12.8),仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化锶溶液(12.9),以水稀释至刻度,混匀。

#### 15.5.1.5 适用于质量分数为 1.00%~5.00% 镁含量

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液(12.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中,各加入 5.0 mL 的铝溶液(12.8),仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化锶溶液(12.9),以水稀释至刻度,混匀。

### 15.5.2 测量

将系列标准溶液(15.5.1)于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处或 279.6 nm 处,用一氧化二氮-乙炔(或空气-乙炔)贫燃性火焰,以水调零,分别测量系列标准溶液试液和“零浓度”溶液(不加镁标准溶液者)的吸光度,以镁量为横坐标,吸光度(减去“零浓度”溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

16 分析结果的计算

按式(4)计算镁的质量分数(%):

$$w(\text{Mg}) = \frac{(m_2 - m_1) \times R \times 10^{-3}}{m_0} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

$m_2$ ——自工作曲线上查得的试液的镁量,单位为毫克(mg);

$m_1$ ——自工作曲线上查得的随同试料所做的空白试验溶液的镁量,单位为毫克(mg);

$m_0$ —试料的质量,单位为克(g);

$R$ ——稀释系数。15.4.3 中四种情况的  $R$  值分别为 1、5、20、100。

17 精密度

## 17.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得。

镁的质量分数/%: 0.002 0 0.059 0.24 1.50 4.52  
 重复性限  $r/\%$ : 0.000 42 0.005 0 0.011 0.027 0.063

## 17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

镁的质量分数/%	允许差/%
0.002 0~0.010	0.001
>0.010~0.025	0.002

表 3 (续)

镁的质量分数/%	允许差/%
>0.025~0.050	0.004
>0.050~0.075	0.005
>0.075~0.100	0.008
>0.100~0.250	0.012
>0.250~0.500	0.018
>0.500~0.750	0.022
>0.750~1.000	0.030
>1.000~2.00	0.045
>2.00~3.00	0.06
>3.00~4.00	0.08
>4.00~5.00	0.12

## 18 质量控制与保证

分析时,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。

## 附录 A

## (资料性附录)

## 本部分方法一章条编号与 ISO 2297:1973 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 2297:1973 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ISO 2297:1973 章条编号对照

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	2.1~2.4
3.1	3.1
3.2	3.7
3.3	3.2
3.4	3.3
3.5	3.4
3.6	3.5
3.7	3.6
3.8	3.14
3.9	3.10
3.10	3.11
3.11	3.12
3.12	3.8
3.13	3.9
3.14	3.15
3.15	3.17
3.16	3.13
3.17	3.16
3.18	3.18
3.19	3.19
3.20	3.20
3.21	3.25
3.22	3.21
3.23	3.22
3.24.1	3.23~3.23.1
3.24.2	3.23.2
3.24.3	3.23.3
3.25.1	3.24~3.24.1
3.25.2	3.24.2

GB/T 20975.16—2008

表 A. 1 (续)

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
3.25.3	3.24.3
4.1	4.1
4.2	—
5	5.2
6.1	6.1
6.2	—
6.3	6.2
6.4	6.3
6.4.1	6.3.1
6.4.2	6.3.2
6.4.3	6.3.3
6.4.4	6.3.4
6.4.5	6.3.5
7	7
8.1~8.2	—
9	—

GB/T 20975.16—2008

附录 B  
(资料性附录)

本部分方法一与 ISO 2297:1973 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本部分与 ISO 2297:1973 的技术性差异及其原因一览表。

表 B.1 本部分与 ISO 2297:1973 技术性差异及其原因

本部分的章条编号	技术性差异	原 因
2	删除 ISO 2297:1973 第二章中 2.1~2.4 序号,综合表述为 2	改为适合我国国情的叙述,内容无变化
3	删除 ISO 2297:1973 中 3.1~3.2、3.15~3.19 中试剂配制过程中的描述	这些内容属描述性内容而非准确性要求,不宜写在标准正文中
3.24.3	修改了本条款的计算公式	原文中物质的量采用的滴定度已废除,不符合我国法定计量单位,本标准采用法定计量单位 mol
7	修改了 ISO 2297:1973(1)第七章中计算公式	原文中标准溶液采用滴定度,经 3.24.3 中修改后用 mol 浓度,需变化计算公式
8	删除了 ISO 2297:1973(1)第八章注解	原文注解中描述的内容已经放入正文中可以删除,本标准第八章为精密度描述了本方法的重复性和允许差
9	ISO 2297:1973(1)第九章内容修改	本标准增加质量控制和保证

GB/T 20975.16—2008

**附录 C**  
**(资料性附录)**

**本部分方法二章条编号与 ISO 3256:1977 章条编号对照**

表 C.1 给出了本部分方法二章条编号与 ISO 3256:1977 章条编号对照一览表。

**表 C.1 本部分章条编号与 ISO 3256:1977 章条编号对照**

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
10	1、2
11	3
12、12.1~12.12	4、4.1~4.10
13	5
14	6、6.1、6.2
15	7
15.1、15.2、15.3	7.1
15.5、15.5.1	7.2、7.2.1
15.5.1.1~15.5.1.5	7.2.1.1~7.2.1.4
15.5.2	7.2.2
15.4	7.3
15.4.1、15.4.2	7.3.1
15.4.3、15.4.4	7.3.1.1~7.3.1.4
16	8
17、17.1、17.2	9

GB/T 20975.16—2008

## 附录 D

(资料性附录)

## 本部分方法二与 ISO 3256:1977 技术性差异及其原因

表 D.1 给出了本部分方法二与 ISO 3256:1977 的技术性差异及其原因的一览表。

表 D.1 本部分与 ISO 3256:1977 技术性差异及其原因

本部分的章条编号	技术性差异	原因
10	本部分将 ISO 3256:1977 的测定范围由 0.01%~5% 扩至 0.002 0%~5.00%	根据我国产品标准中镁含量的范围,通过实验扩展测定范围
—	删除 ISO 3256:1977 第二条款“引用标准”	以便符合国家标准编写规范
17	将 ISO 3256:1977“9 结果的置信区间”改为“精密度”	以便符合国家标准编写规范
18	增加“质量保证与控制”条款。并删除 ISO 3256:1977 中“10 试验报告”条款	以便符合国家标准编写规范

GB/T 20975.16—2008

中华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铝及铝合金化学分析方法  
第 16 部分:镁含量的测定

GB/T 20975.16—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 27 千字  
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-31667

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 20975.16—2008