



中华人民共和国国家标准

GB/T 6987.1~6987.32—2001

铝及铝合金化学分析方法

Methods for chemical analysis of
aluminum and aluminum alloys

2001-07-10 发布

2001-12-01 实施

中华人民共和国 发布
国家质量监督检验检疫总局

GB/T 6987.17—2001

前 言

本标准是对 GB/T 6987.17—1986《铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镁量》的重新确认,并进行了编辑性整理。

本标准非等效采用国际标准 ISO 3256:1977《铝和铝合金—镁量的测定—原子吸收分光光度法》。

本标准测定范围为:0.005 0%~5.00%,ISO 3256:1977 的测定范围为:0.01%~5.00%。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6987.17—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司负责起草。

本标准起草单位:本溪合金有限责任公司。

本标准主要起草人:梁鸿智。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

铝及铝合金化学分析方法
火焰原子吸收光谱法测定镁量GB/T 6987.17-2001
neq ISO 3256:1977

代替 GB/T 6987.17-1986

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of magnesium content
—Flame atomic absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中镁含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中镁含量的测定。测定范围:0.005 0%~5.00%。

2 方法提要

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

3 试剂

3.1 铝(99.99%,不含镁)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.4 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 铝溶液(20 mg/mL):移取 20.00 g 经酸洗的铝(3.1),置于 1 000 mL 烧杯中。盖上表皿,分次加入总量为 800 mL 的盐酸(3.5),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(3.4),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。

3.8 铝溶液(1 mg/mL):移取 50.00 mL 铝溶液(3.7)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.9 氯化铈溶液(50 mg/mL):称取 76 g 氯化铈于 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。

3.10 镁标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 镁(99.95%)置于 1 000 mL 锥形烧杯中,加入 200 mL 水和 30 mL 盐酸(3.5),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。

3.11 镁标准溶液:移取 50.00 mL 镁标准贮存溶液(3.10)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。

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:

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。

仪器工作条件见附录A(提示的附录)。

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0.500 0 g 试样,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 铝(3.1)代替试料(6.1),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)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(3.5),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(3.4),煮沸10分钟以分解过量的过氧化氢,冷却。

6.4.2 如有不溶物,过滤、洗涤。将残渣连同滤纸置于铂坩锅中,灰化(勿使滤纸燃着),在约550°C灼烧,冷却。加入2 mL 硫酸(3.6),5 mL 氢氟酸(3.3),滴加硝酸(3.2)至溶液清亮。加热蒸发至干,于700°C灼烧数分钟,冷却。用尽量少的盐酸(3.5)溶解残渣(必要时过滤),将此试液合并于原滤液中。

6.4.3 根据试料中镁含量分别按下述进行:

镁的质量分数在0.005%~0.05%时,将试液(6.4.1)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(3.9),以水稀释至刻度,混匀。

镁的质量分数在 $>0.05\% \sim 0.25\%$ 时,将试液(6.4.1)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(3.9),以水稀释至刻度,混匀。

镁的质量分数在 $>0.25\% \sim 1.00\%$ 时,将试液(6.4.1)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(3.9),以水稀释至刻度,混匀。

镁的质量分数在 $>1.00\% \sim 5.00\%$ 时,将试液(6.4.1)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(3.9),以水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 将随同试料所做的空白试验溶液(6.3)和根据试料中镁含量而制备的试液(6.4.3)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

GB/T 6987.17—2001

量镁的吸光度。从工作曲线上查出相应的镁量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 系列标准溶液的制备

适用于质量分数为 0.005%~0.05% 镁含量:

移取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 镁标准溶液(3.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中各加入 25.0 mL 的铝溶液(3.7), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 20 mL 氯化铯溶液(3.9)以水稀释至刻度, 混匀。

适用于质量分数为 0.05%~0.25% 镁含量:

移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 镁标准溶液(3.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中, 各加入 100 mL 的铝溶液(3.8), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化铯溶液(3.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

适用于质量分数为 0.25%~1.00% 镁含量:

移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 镁标准(3.11)溶液分别置于一组 250 mL 容量瓶中, 各加入 25.0 mL 的铝溶液(3.8), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化铯溶液(3.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

适用于质量分数为 1.00%~5.00% 镁含量:

移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 镁标准溶液(3.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中, 各加入 5.0 mL 的铝溶液(3.8), 仅当用空气-乙炔火焰时加入 5 mL 氯化铯溶液(3.9), 以水稀释至刻度, 混匀。

6.5.2 将系列标准溶液(6.5.1)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。

7 分析结果的表述

按式(1)计算镁的质量分数:

$$w(\text{Mg}) = \frac{(m_2 - m_1) \times R \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: $w(\text{Mg})$ ——镁的质量分数, %;

m_2 ——自工作曲线上查得的试液的镁量, 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, mg;

m_0 ——试料的质量, g;

R ——稀释系数。6.4.3 中四种情况的 R 值分别为 1、5、20、100。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

镁的质量分数	允许差
0.005~0.010	0.001
>0.010~0.025	0.002
>0.025~0.050	0.004
>0.050~0.075	0.005

GB/T 6987.17—2001

表 1(完)

%

镁的质量分数	允许差
>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
>1.000~2.000	0.045
>2.00~3.00	0.06
>3.00~4.00	0.08
>4.00~5.00	0.12

GB/T 6987.17-2001

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 WYX-9004 型原子吸收光谱仪测定镁量的工作条件如表 A1。

表 A1

波长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm	观测高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
285.2	3	0.2	4	9	2