

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量

GB/T 13747.9—92

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of magnesium content
—Flame absorption spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中镁含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中镁含量的测定。测定范围:0.0010%~0.010%。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
- GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
- GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法原理

试样用氢氟酸溶解,硼酸络合过量的氢氟酸,在盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 285.2nm 处测量其吸光度,用标准加入法计算镁的含量。

4 试剂

- 4.1 氢氟酸(1+1),优级纯。
- 4.2 硼酸饱和溶液,优级纯。
- 4.3 硝酸(1+1),优级纯。
- 4.4 盐酸(1+1),优级纯。
- 4.5 氯化镉溶液(50g/L),优级纯。
- 4.6 镁标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属镁(>99.9%)于 250mL 烧杯中,加入 10mL 盐酸(4.4),溶解后移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 镁。
- 4.7 镁标准溶液:移取 50.0mL 镁标准贮存溶液(4.6)于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 10 μ g 镁。

5 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:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,镁的特征浓度应不大于 0.05 μ g/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

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施

GB/T 13747.9-92

低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)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(参考件)。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1g。

表 1

镁 含 量, %	试 料,g
0.001~0.005	0.500 0
>0.005~0.010	0.200 0

6.2 空白试验

随同试料做空白试验,用标准加入法求空白试验溶液的镁浓度。

6.3 测定

6.3.1 称取四份试料(6.1)分别置于一组塑料烧杯中,各加入 3mL 氢氟酸(4.1),待试料溶解后,各加入 0.5mL 硝酸(4.3)至溶液清亮,加入 25mL 硼酸饱和溶液(4.2)、5mL 盐酸(4.4)、2mL 氯化铯溶液(4.5),混匀。

6.3.2 将试液移入一组 50mL 容量瓶中,分别加入 0,1.00,2.00,3.00mL 镁标准溶液(4.7),用水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 285.2nm 处,以水调零,测量试液的吸光度。

6.3.4 以镁浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标绘制曲线,用外推法求得被测试液镁的浓度。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算镁的百分含量:

$$Mg(\%) = \frac{(c - c_0)V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:c——被测试液的镁浓度,μg/mL;

c₀——空白试验溶液的镁浓度,μg/mL;

V——被测试液的体积,mL;

m——试料的质量,g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

镁 含 量	允 许 差
0.001 0~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.010 0	0.001 5

附录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 WFX-C 原子吸收光谱仪工作条件参数如下表:

测定元素	波长 nm	单色器通带 nm	灯电流 mA	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
镁	285.2	0.2	2	6.5	1.5

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人陈觉。