



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.16—2020  
代替 GB/T 20975.16—2008

---

## 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 content

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 个部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 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；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 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；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：钴含量的测定；
- 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；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铋含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 27 部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铟含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铌含量的测定。

本部分为 GB/T 20975 的第 16 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.16—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 16 部分：镁含量的测定》。本部分与 GB/T 20975.16—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了标准使用安全警示；
- 修改了“CDTA 滴定法”中称样量（见表 1，2008 年版的 6.1）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第 2 章）；
- 增加了“术语和定义”（见第 3 章）；
- 修改了“CDTA 滴定法”的重复性限（见 4.7.1，2008 年版的 8.1）；
- 修改了“火焰原子吸收光谱法”的方法提要（见 5.1，2008 年版的第 10 章）；
- 修改了“火焰原子吸收光谱法”的精密度（见 5.7，2008 年版的第 17 章）；
- 增加了“Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法”（见第 6 章）；
- 删除了“质量控制与保证”（见 2008 年版的第 18 章）；
- 增加了“试验报告”（见第 7 章）。

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（SAC/TC 243）归口。

本部分起草单位：东北轻合金有限责任公司、国标（北京）检验认证有限公司、有色金属技术经济研究院、山东南山铝业股份有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、中铝瑞闽股份有限公司、广西柳州银海铝业股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、山东兖矿轻合金有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、昆明冶金研究院、通标标准技术服务（天津）有限公司。

本部分主要起草人：赵世卓、张煦、席欢、丛富官、田新、赵志国、兰政、李甜、徐涛、高珺、罗芬、庞欣、娄月、汤渭菊、周婷、袁霄、李悦、李延珍、周兵。

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；
- GB/T 20975.16—2008。



# 铝及铝合金化学分析方法

## 第 16 部分：镁含量的测定

**警示——**使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 20975 的本部分规定了 CDTA 滴定法、火焰原子吸收光谱法和  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法测定铝及铝合金中镁含量。

本部分适用于铝及铝合金中镁含量的仲裁测定。CDTA 滴定法测定范围:0.10%~12.00%;火焰原子吸收光谱法测定范围:0.002 0%~5.00%; $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法测定范围:1.00%~52.00 %。

注:镁质量分数>0.10%~5.00%时,采用火焰原子吸收光谱法为仲裁方法;镁质量分数>5.00%~12.00%时,采用 $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法为仲裁方法。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

### 4 CDTA 滴定法

#### 4.1 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。样品溶液以甲基麝香草酚蓝做指示剂,用 CDTA 标准滴定溶液滴定至溶液从蓝色变为浅灰色,为终点,以此测定镁含量。

#### 4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 氧化锌。

4.2.2 溴水(饱和溶液)。

4.2.3 氢氟酸( $\rho = 1.14 \text{ g/mL}$ )。

4.2.4 过氧化氢( $\rho = 1.10 \text{ g/mL}$ )。

4.2.5 氨水( $\rho = 0.90 \text{ g/mL}$ )。

4.2.6 盐酸(约  $0.05 \text{ mol/L}$ )。

4.2.7 盐酸(1+1)。

4.2.8 氨水(1+1)。

4.2.9 硝酸(2+3)。

4.2.10 硫酸(1+3)。

4.2.11 乙醇(1+3)。

4.2.12 盐酸(1+5)。

4.2.13 氨水(1+13)。

4.2.14 氰化钾溶液( $250 \text{ g/L}$ )。用时现配。**剧毒,使用时注意!**

4.2.15 氢氧化钠溶液( $240 \text{ g/L}$ )。贮于塑料瓶中。

4.2.16 氢氧化钠溶液( $20 \text{ g/L}$ )。贮于塑料瓶中。

4.2.17 盐酸羟胺溶液( $18 \text{ g/L}$ )。

4.2.18 高锰酸钾溶液( $10 \text{ g/L}$ )。

4.2.19 三氯化铁溶液( $1 \text{ mg/mL}$ ):称取  $0.48 \text{ g}$  三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于  $16 \text{ mL}$  盐酸(4.2.12)中,移入  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液  $1 \text{ mL}$  含  $1 \text{ mg}$  铁。

4.2.20 乙二醇-双(2-氨基乙基醚)四乙酸(EGTA)溶液( $0.05 \text{ mol/L}$ ):称取  $1.9 \text{ g}$  EGTA 溶于  $25 \text{ mL}$  氢氧化钠溶液(4.2.16)中,移入  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.21 镁标准溶液 A( $\rho_2 = 1 \text{ mg/mL}$ ):优先使用有证标准溶液配制。或称取  $1.0000 \text{ g}$  镁( $w_{\text{Mg}} \geq 99.95\%$ )置于  $500 \text{ mL}$  烧杯中,加入  $200 \text{ mL}$  水,分次加入总量为  $30 \text{ mL}$  盐酸(4.2.7),待完全溶解后,移入  $1000 \text{ mL}$  容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液  $1 \text{ mL}$  含  $1 \text{ mg}$  镁。

4.2.22 镁标准溶液 B( $\rho_4 = 0.2 \text{ mg/mL}$ ):移取  $100.0 \text{ mL}$  镁标准溶液 A(4.2.21)于  $500 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $6 \text{ mL}$  盐酸(4.2.7),以水稀释至刻度,混匀。此溶液  $1 \text{ mL}$  含  $0.2 \text{ mg}$  镁。

4.2.23 1,2-环己二胺四乙酸(CDTA)标准滴定溶液 A( $c_1 \approx 0.035 \text{ mol/L}$ ):

——配制:称取  $12.75 \text{ g}$  CDTA 置于  $1000 \text{ mL}$  烧杯中,加入约  $500 \text{ mL}$  水,加入  $10 \text{ mL}$  氢氧化钠溶液(4.2.15),搅拌数分钟。加入  $10 \text{ mL} \sim 15 \text{ mL}$  氢氧化钠溶液(4.2.15)使其完全溶解。用慢速定量滤纸过滤于  $1000 \text{ mL}$  容量瓶中,以水洗涤并稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

——标定:分别移取 3 份体积( $V_2$ )为  $25.00 \text{ mL}$  镁标准溶液 A(4.2.21)于  $500 \text{ mL}$  锥形烧杯中,加入  $5 \text{ g}$  氯化铵,以水稀释至约  $100 \text{ mL}$ ,加入  $100 \text{ mL}$  氨水(4.2.5),冷却,加入  $0.05 \text{ g} \sim 0.1 \text{ g}$  甲基麝香草酚蓝指示剂(4.2.25),用 CDTA 标准滴定溶液 A(4.2.23)滴定至溶液从蓝色变为浅灰色,过量 2 滴颜色不变为终点。平行标定所消耗的 CDTA 标准滴定溶液(4.2.23)体积的极差应不大于  $0.15 \text{ mL}$ ,取其平均值( $V_1$ )。

——计算:按式(1)计算 CDTA 标准滴定溶液的浓度:

$$c_1 = \frac{\rho_2 V_2}{24.305 V_1} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho_2$  ——镁标准溶液 A(4.2.21)的质量浓度,单位为毫克每毫升( $\text{mg/mL}$ );

$V_2$  ——移取的镁标准溶液 A(4.2.21)的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$24.305$  ——镁的摩尔质量,单位为克每摩尔( $\text{g/mol}$ );

$V_1$  ——标定所消耗的 CDTA 标准滴定溶液 A(4.2.23)的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.2.24 1,2-环己二胺四乙酸(CDTA)标准滴定溶液 B( $c_3 \approx 0.01 \text{ mol/L}$ ):

——配制:称取  $3.64 \text{ g}$  CDTA 置于  $1000 \text{ mL}$  烧杯中,加入约  $500 \text{ mL}$  水,加入  $5 \text{ mL}$  氢氧化钠溶液

(4.2.15), 搅拌数分钟。加入 10 mL~15 mL 氢氧化钠溶液(4.2.15)使其完全溶解。用慢速定量滤纸过滤于 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。

——标定: 分别移取 3 份体积( $V_4$ )为 30.00 mL 镁标准溶液 B(4.2.22)于 500 mL 锥形烧杯中, 加入 5 g 氯化铵, 以水稀释至约 100 mL, 加入 100 mL 氨水(4.2.5), 冷却, 加入 0.05 g~0.1 g 甲基麝香草酚蓝指示剂(4.2.25), 用 CDTA 标准滴定溶液 B(4.2.24)滴定至溶液从蓝色变为浅灰色, 过量 2 滴颜色不变为终点。平行标定所消耗的 CDTA 标准滴定溶液(4.2.24)体积的极差应不大于 0.10 mL, 取其平均值( $V_3$ )。

——计算: 按式(2)计算 CDTA 标准滴定溶液的浓度:

$$c_3 = \frac{\rho_4 V_4}{24.305 V_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho_4$  ——镁标准溶液 B(4.2.22)的质量浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_4$  ——移取的镁标准溶液 B(4.2.22)的体积, 单位为毫升(mL);

24.305 ——镁的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);

$V_3$  ——标定时所消耗的 CDTA 标准滴定溶液 B(4.2.24)的体积, 单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.2.25 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。

### 4.3 仪器

酸度计。

### 4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

### 4.5 分析步骤

#### 4.5.1 试料

按表 1 称取相应质量( $m_1$ )的试样(4.4), 精确至 0.000 1 g。

#### 4.5.2 平行实验

平行做两份试验, 取其平均值。

#### 4.5.3 空白试验

随同试料(4.5.1)做试剂空白试验。记录空白溶液滴定时所消耗的 CDTA 标准溶液体积( $V_5$ )。

#### 4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 400 mL 烧杯中, 盖上表皿, 按表 1 加入水和盐酸(4.2.7), 待剧烈反应停止后, 加入 10 mL 硝酸(4.2.9), 缓慢加热至试料完全溶解, 煮沸 10 min。用热水洗涤表皿和杯壁并稀释体积至 150 mL~200 mL, 以慢速定量滤纸过滤, 用热盐酸(4.2.6)洗涤滤纸和残渣 8 次~10 次, 收集滤液和洗涤液于 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(勿使滤纸燃着), 冷却。加入 2 mL 硫酸(4.2.10), 5 mL 氢氟酸(4.2.3), 逐滴加入硝酸(4.2.9)至溶液清亮。加热蒸发至除尽硫酸烟, 灼烧 10 min( $\leq 700$  °C)。冷却。加入 5 mL 水和 2 mL 盐酸(4.2.7), 加热使沉淀完全溶解(如混浊需过滤), 将此溶液合并于主样品溶液中。浓缩体积至约 100 mL。

表 1

镁质量分数 $w_{\text{Mg}}/\%$	试料质量 $m_1/\text{g}$	水/mL	盐酸/mL
0.10~0.50	2.00	30	50
>0.50~2.00	1.00	20	30
>2.00~7.00	0.50	10	20
>7.00~12.00	0.25	5	15

4.5.4.2 加入 5 mL 三氯化铁溶液(4.2.19)于样品溶液(4.5.4.1)中,将样品溶液移入预先盛有 70 mL 氢氧化钠溶液(4.2.15)的 400 mL 烧杯中,混匀。加入 2 mL 过氧化氢(4.2.4),煮沸 5 min~10 min。取下。加入 5 mL 氰化钾溶液(4.2.14),煮沸 5 min。用热水稀释体积至约为 250 mL。盖上表皿保温(但不煮沸)不少于 20 min。以慢速定量滤纸过滤,用热氢氧化钠溶液(4.2.16)洗涤沉淀和滤纸 5 次。保留烧杯。将滤液无害化处理后,弃去。

4.5.4.3 用 50 mL 热盐酸(4.2.12)和 2 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.17)的混合液将沉淀溶于原烧杯中,用热水充分洗涤滤纸,保持体积小于 70 mL,加热至样品溶液清亮。滴加溴水(4.2.2)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 80 mL,冷却。

4.5.4.4 用氨水(4.2.8)调样品溶液至 pH 4,再用氨水(4.2.13)调样品溶液至 pH(4.4±0.2),加热至沸,加入 0.3 g 氧化锌(4.2.1)(先用水调成糊状后移入样品溶液中),摇匀。滴加高锰酸钾溶液(4.2.18)至稳定的土黄色,加热至沸。取下,加入 2 mL 乙醇(4.2.11),摇匀。置于沸水浴上加热 5 min,加入 2 mL 乙醇(4.2.11),混匀。置于沸水浴上继续加热 10 min。以慢速定量滤纸将样品溶液过滤于 500 mL 锥形烧杯中,用热水洗涤沉淀及滤纸 8 次,冷却。

4.5.4.5 用氨水(4.2.5)调至微碱性(用试纸检查)。如样品溶液无色,加入 8 mL 氰化钾溶液(4.2.14),如样品溶液呈蓝色,边搅拌边滴加氰化钾溶液(4.2.14)至样品溶液变为无色并过量 8 mL。加入 1 mL EGTA 溶液(4.2.20)、100 mL 氨水(4.2.5)、0.05 g~0.1 g 甲基麝香草酚蓝指示剂(4.2.25),摇匀。

4.5.4.6 镁质量分数≤0.50%时,用 CDTA 标准滴定溶液 B(4.2.24);镁质量分数>0.50%时,用 CDTA 标准滴定溶液 A(4.2.23);滴定至样品溶液从蓝色变为浅灰色,过量 2 滴颜色不变为终点。记录消耗的 CDTA 标准滴定溶液(4.2.24 或 4.2.23)体积( $V_6$ )。

#### 4.6 试验数据的处理

镁含量以镁质量分数  $w_{\text{Mg}}$  计,按式(3)计算:

$$w_{\text{Mg}} = \frac{c \times (V_6 - V_5) \times 24.305}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $c$  ——CDTA 标准滴定溶液(4.2.24 或 4.2.23)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_6$  ——滴定时所消耗的 CDTA 标准滴定溶液(4.2.24 或 4.2.23)的体积,单位为毫升(mL);
- $V_5$  ——空白试验所消耗的 CDTA 标准滴定溶液(4.2.24 或 4.2.23)的体积,单位为毫升(mL);
- 24.305——镁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- $m_1$  ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中的 3.2、3.3。



4.7 精密度

4.7.1 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,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或外延法求得。

表 2

$w_{\text{Mg}}/\%$	0.13	1.71	6.62	12.38
$r/\%$	0.01	0.06	0.10	0.18

4.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 3 所列允许差。

表 3

$w_{\text{Mg}}/\%$	允许差/%
0.10~0.25	0.02
>0.25~0.50	0.02
>0.50~1.00	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

5 火焰原子吸收光谱法

5.1 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,以在氯化铈存在下用空气-乙炔贫燃性火焰测定镁的吸收值,以此测定镁含量。

5.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

- 5.2.1 纯铝( $w_{\text{Al}} \geq 99.996\%$ ,  $w_{\text{Mg}} \leq 0.000\ 2\%$ )。
- 5.2.2 硝酸( $\rho = 1.42\text{ g/mL}$ )。
- 5.2.3 氢氟酸( $\rho = 1.14\text{ g/mL}$ )。
- 5.2.4 过氧化氢( $\rho = 1.10\text{ g/mL}$ )。
- 5.2.5 盐酸(1+1)。
- 5.2.6 硫酸(1+1)。





5.2.7 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。

5.2.8 铝溶液 A(20 mg/mL):称取 20.00 g 纯铝(5.2.1),置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 800 mL 的盐酸(5.2.5)。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(5.2.4),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。

5.2.9 铝溶液 B(1 mg/mL):移取 50.00 mL 铝溶液 A(5.2.8)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.2.10 镁标准贮存溶液:称取 1.000 g 镁( $w_{\text{Mg}} \geq 99.95\%$ )置于 1 000 mL 锥形烧杯中,加入 200 mL 水和 30 mL 盐酸(5.2.5),待试料溶解完全后,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。

5.2.11 镁标准溶液 C:移取 25.00 mL 镁标准贮存溶液(5.2.10)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 镁。

5.2.12 镁标准溶液 D:移取 25.00 mL 镁标准溶液 C(5.2.11)于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 镁。

### 5.3 仪器

原子吸收光谱仪,附镁空心阴极灯。仪器应满足下列条件:

- 特征浓度: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  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 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。

### 5.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

### 5.5 分析步骤

#### 5.5.1 试料

称取质量( $m_2$ )为 0.50 g 试样(5.4),精确至 0.000 1 g。

#### 5.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

#### 5.5.3 空白试验

称取 0.50 g 纯铝(5.2.1),精确至 0.000 1 g,代替试料(5.5.1),随同试料做空白试验。

#### 5.5.4 测定

5.5.4.1 将试料(5.5.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 水,分次加入总量为 20 mL 的盐酸(5.2.5),待剧烈反应停止后,滴加适量的过氧化氢(5.2.4),缓慢加热至试料完全溶解,煮沸 10 min,冷却。如有不溶物,过滤、洗涤沉淀。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(勿使滤纸燃着),在约 550  $^{\circ}\text{C}$  灼烧,冷却。加入 2 mL 硫酸(5.2.6),5 mL 氢氟酸(5.2.3),滴加硝酸(5.2.2)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(5.2.5)溶解残渣(必要时过滤),将此样品溶液合并于原滤液中。

5.5.4.2 当镁质量分数为 0.002 0%~0.050%时,将样品溶液(5.5.4.1)移入 250 mL 容量瓶( $V_9$ )中,加入 20 mL 氯化锶溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀。镁质量分数>0.050%~5.00%时,按表 4,将样品溶液(5.5.4.1)移入相应的容量瓶( $V_7$ )中,以水稀释至刻度,混匀;再移取相应体积( $V_8$ )样品溶液于 250 mL 容量瓶( $V_9$ )中,加入相应氯化锶溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀。

表 4

镁质量分数 $w_{\text{Mg}}/\%$	样品溶液总体积 $V_7/\text{mL}$	移取样品溶液体积 $V_8/\text{mL}$	氯化锶加入量/mL
>0.050~0.25	100	20.00	5
>0.25~1.00	100	5.00	5
>1.00~5.00	500	5.00	5

5.5.4.3 将样品溶液(5.5.4.2)和空白试验(5.5.3)于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处或 279.6 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量其的吸光度。从工作曲线上查出样品溶液(5.5.4.3)的镁质量浓度( $\rho$ ),及空白试验溶液(5.5.3)的镁质量浓度( $\rho_0$ )。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 根据试料中镁质量分数,系列标准溶液的制备分为以下 5 种:

- a) 镁质量分数为 0.002 0%~0.010%时:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镁标准溶液 D(5.2.12)分别置于一组 250 mL 容量瓶中,加入 25.0 mL 的铝溶液 A(5.2.8),加入 20 mL 氯化锶溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀。
- b) 镁质量分数为 >0.010%~0.050%时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液 C(5.2.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中,加入 25.0 mL 的铝溶液 A(5.2.8),加入 20 mL 氯化锶溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀。
- c) 镁质量分数为 >0.050%~0.25%时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液 C(5.2.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中,各加入 5.0 mL 的铝溶液 A(5.2.8),加入 5 mL 氯化锶溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀。
- d) 镁质量分数为 >0.25%~1.00%时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液 C(5.2.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中,各加入 25.0 mL 的铝溶液 B(5.2.9),加入 5 mL 氯化锶溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀。
- e) 镁质量分数为 >1.00%~5.00%时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液 C(5.2.11)分别置于一组 250 mL 容量瓶中,各加入 5.0 mL 的铝溶液 B(5.2.9),加入 5 mL 氯化锶溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀。

5.5.5.2 将系列标准溶液(5.5.5.1)于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处或 279.6 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,分别测量系列标准溶液样品溶液和“零浓度”溶液(不加镁标准溶液者)的吸光度,以镁质量浓度为横坐标,吸光度(减去“零浓度”溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6 试验结果的处理

镁含量以镁质量分数  $w_{\text{Mg}}$  计,按式(4)计算:

$$\omega_{\text{Mg}} = \frac{(\rho - \rho_0)V_7V_9}{m_2V_8 \times 10^3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho$  ——自工作曲线上查得的样品溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$\rho_0$  ——自工作曲线上查得的空白试验的质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$V_7$  ——样品溶液的总体积，单位为毫升(mL)；

$V_9$  ——测定时样品溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$m_2$  ——试料的质量，单位为克(g)。

$V_8$  ——移取样品溶液的体积，单位为毫升(mL)。

镁质量分数 $<1.00\%$ 时，计算结果保留两位有效数字；镁质量分数 $\geq 1.00\%$ 时，计算结果表示到小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中的 3.2、3.3。

## 5.7 精密度

### 5.7.1 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，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 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

$\omega_{\text{Mg}}/\%$	0.004 4	0.045	0.67	4.45
$r/\%$	0.000 6	0.003	0.03	0.07

### 5.7.2 再现性

在再现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，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限  $R$ ，超过再现性限  $R$  的情况不超过 5%。再现性限  $R$  按表 6 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 6

$\omega_{\text{Mg}}/\%$	0.004 4	0.045	0.67	4.45
$R/\%$	0.000 9	0.006	0.05	0.10

## 6 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法

### 6.1 方法提要

试料以盐酸溶解，用氢氧化钠沉淀镁并与大量铝分离，再以二乙基二硫代氨基甲酸钠沉淀分离其他干扰元素，然后在 pH 约为 10 的溶液中，以铬黑 T 作指示剂，用三乙醇胺掩蔽剩余少量铝，用 Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色为终点，以此测定镁含量。

### 6.2 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

- 6.2.1 盐酸( $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ )
- 6.2.2 过氧化氢( $\rho = 1.10 \text{ g/mL}$ )。
- 6.2.3 无水乙醇。
- 6.2.4 氨水( $\rho = 0.89 \text{ g/mL}$ )。
- 6.2.5 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 6.2.6 氢氧化钠溶液(20 g/L)。
- 6.2.7 盐酸(1+1)。
- 6.2.8 盐酸(1+19)。
- 6.2.9 三乙醇胺(1+1)。
- 6.2.10 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(50 g/L):称取 5.0 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠于 250 mL 烧杯中,加入水至 100 mL,加热并搅拌使其溶解完全。
- 6.2.11 氨-氯化铵缓冲溶液(pH 10):称取 54 g 氯化铵溶于 200 mL 水中,加入 350 mL 氨水(6.2.4),稀释至 1 000 mL。
- 6.2.12 镁标准溶液 E( $\rho_5 = 0.20 \text{ mg/mL}$ ):称取 0.1 000 g 金属镁( $w_{\text{Mg}} \geq 99.95\%$ )置于 300 mL 烧杯,加入 30 mL 盐酸(6.2.7),加热溶解完全,冷却,转移至 500 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀。
- 6.2.13 乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )标准滴定溶液( $c_6 \approx 0.005 \text{ mol/L}$ ):

- 配制:称取 1.7 g  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  溶于 200 mL 热水中,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 标定:分别移取 3 份体积( $V_{10}$ )为 10.00 mL 镁标准溶液 E(6.2.12)于 250 mL 锥形瓶中,加入 80 mL 水,10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(6.2.11),5 mL 三乙醇胺(6.2.9),加入 10 滴铬黑 T 指示剂(6.2.15),用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液(6.2.13)由酒红色变为纯蓝色为终点。平行标定所消耗的  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液(6.2.13)体积的极差应不大于 0.10 mL,取其平均值( $V_{11}$ )。
- 计算:按式(5)计算  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准溶液浓度:



$$c_6 = \frac{\rho_5 V_{10}}{24.305 V_{11}} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $\rho_5$  ——镁标准溶液 E(6.2.12)的质量浓度,单位为毫克每毫升( $\text{mg/mL}$ );
- $V_{10}$  ——移取镁标准溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- 24.305 ——镁的摩尔质量,单位为克每摩尔( $\text{g/mol}$ );
- $V_{11}$  ——消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中的 3.2、3.3。

- 6.2.14 刚果红试纸。
- 6.2.15 铬黑 T 指示剂:称取 0.5 g 铬黑 T 于烧杯中,加入 20 mL 无水乙醇(6.2.3),溶解完全后,用无水乙醇(6.2.3)稀释至 50 mL,贮于棕色滴瓶中(现用现配)。

### 6.3 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

### 6.4 分析步骤

#### 6.4.1 试料

按表 7 称取相应质量( $m_3$ )试样(6.3),精确至 0.000 1 g。

表 7

镁质量分数 $w_{\text{Mg}}/\%$	试料的质量 $m_3/\text{g}$	定容体积 $V_{13}/\text{mL}$	移取样品溶液体积 $V_{14}/\text{mL}$
1.00~4.00	1.00	250	50.00
4.00~16.00	0.50	250	25.00
16.00~52.00	0.40	250	10.00

#### 6.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

#### 6.4.3 空白试验

随同试料(6.4.1)做空白试验,记录消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液(6.2.13)体积( $V_{12}$ )。

#### 6.4.4 测定

6.4.4.1 将试料(6.4.1)置于 400 mL 烧杯中,加入约 10 mL 水,分次缓慢加入总量 25 mL 盐酸(6.2.7),待剧烈反应停止后,滴加过氧化氢(6.2.2),加热至试料完全溶解。边搅拌边加入 60 mL 氢氧化钠溶液(6.2.5),加水至溶液体积约为 200 mL,加热至沸并保温 15 min,用中速定量滤纸过滤。用氢氧化钠溶液(6.2.6)洗涤沉淀 3 次~4 次,弃去滤液。

6.4.4.2 用 20 mL 热盐酸(6.2.7)分 4 次~5 次将沉淀溶解于原烧杯中,并用热盐酸(6.2.8)洗涤滤纸 5 次~6 次。将滤液转移至 250 mL 容量瓶( $V_{13}$ )中,投入一小块刚果红试纸(6.2.14),加水至约 150 mL,用氢氧化钠溶液(6.2.6)和盐酸(6.2.7)调节至刚果红试纸呈蓝紫色。加入 70 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(6.2.10),以水稀释至刻度,混匀。静置 30 min。

6.4.4.3 将样品溶液(6.4.4.2)干过滤于 250 mL 烧杯中,弃去最初的滤液。继续过滤,按表 7,移取相应体积( $V_{14}$ )的滤液于 300 mL 锥形瓶中,加水至约 90 mL,加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(6.2.11)、5 mL 三乙醇胺(6.2.9)溶液,10 滴铬黑 T 指示剂(6.2.15),摇匀,用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液(6.2.13)滴至溶液由酒红色变为纯蓝色,即为终点,记录消耗的  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液体积( $V_{15}$ )。

#### 6.5 试验数据处理

镁含量以镁质量分数  $w_{\text{Mg}}$  计,按式(6)计算:

$$w_{\text{Mg}} = \frac{c_6 (V_{15} - V_{12}) \times 24.305 V_{13}}{m_3 V_{14} \times 10^3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $c_6$  ——  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_{15}$  ——消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_{12}$  ——空白试验消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 24.305——镁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- $V_{13}$  ——样品溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- $m_3$  ——试料的质量,单位为克(g);
- $V_{14}$  ——移取样品溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

6.6 精密度

6.6.1 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  $r$  按表 8 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 8

$w_{Mg}/\%$	1.36	4.51	24.99	50.02
$r/\%$	0.06	0.08	0.25	0.35

6.6.2 再现性

在再现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,两个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 9 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 9

$w_{Mg}/\%$	1.36	4.51	24.99	50.02
$R/\%$	0.11	0.17	0.30	0.40

7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- a) 本部分编号、名称及所使用的方法;
- b) 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息;
- c) 以适当的形式表达试验结果;
- d) 试验过程中出现的异常现象;
- e) 审核、批准等人员的签名。

\_\_\_\_\_