

国 家 市 场 监 督 管 理 总 局中 国 国 家 标 准 化 管 理 委 员 会 发 布

20××-××-××实施

20××-××-××发布

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

（送审稿）

GB/T 20975.16-201X

代替GB/T 20975.16-2008

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.10

H 12

1. 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：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

——第22部分：铍含量的测定

——第23部分：锑含量的测定

——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

——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：铋含量的测定

——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。

本部分为第16部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分是对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》修订，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告；

——修改了“范围”，扩大了测定范围（见1，2008版1）

——增加了规范性引用文件（见2）；

———增加了术语和定义。（见3）；

——修改了“CDTA滴定法”的精密度（见4.7，2008版8）；

——修改了“火焰原子吸收光谱法”的精密度（见5.7，2008版17）；

——修改了“CDTA滴定法”中试剂(EGTA)的表述方式。（见4.2.24，2008版3.20）

——增加了试验报告。（见8）；

镁的质量分数为0.0020%～12.00%时采用火焰原子吸收法作为仲裁方法。

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（SAC/TC 243）归口。

本部分起草单位：东北轻合金有限责任公司、

本部分起草人：赵世卓。

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 6987.17-1986、GB/T 6987.16-2001、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

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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/T20975的本部分规定CDTA滴定法和火焰原子吸收法、测定铝及铝合金中镁含量的方法。

本部分的CDTA滴定法适用于铝及铝合金中镁含量的测定，测定范围：0.10%～12.00%。本部分的火焰原子吸收法适用于铝合金中镁含量的测定。测定范围：0.0020%～12.00%。

注：本方法只对规定的测定范围进行了实验室间测试。但是，实验室可以在方法验证时，通过方法灵敏度、精密度和偏差等实验，扩展本方法的测定范围。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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 术语与定义

GB/T 20000.1、GB/T 8005.2界定的术语与定义适用于本部分。

4 CDTA滴定法

4.1方法提要

1. 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标准滴定溶液滴定镁，以此测定镁的含量。

4.2 试剂

4.2.1 氧化锌。

4.2.2 溴水（饱和溶液）。

4.2.3 氢氟酸（ρ=1.14g/mL）。

4.2.4 过氧化氢（ρ=1.10g/mL）。

4.2.5 氨水（ρ=0.90g/mL）。

4.2.6 盐酸（约0.05mol/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（250g/L）。用时现配。剧毒，使用时注意。

4.2.15 氢氧化钠溶液（240g/L）。贮于塑料瓶中。

4.2.16 氢氧化钠溶液（20g/L）。贮于塑料瓶中。

4.2.17 盐酸羟胺溶液（18g/L）。

4.2.18 高锰酸钾溶液（10g/L）。

4.2.19 三氯化铁溶液（1mg/mL）：称取0.48g三氯化铁（FeCl3·6HO）溶于16mL盐酸（4.2.12）中，以水稀释至100mL，混匀。此溶液1mL含1mg铁。

4.2.20 乙二醇—双（2—氨基乙基醚）四乙酸（EGTA）溶液（0.05mol/L）：称取1.9gEGTA溶于25mL氢氧化钠溶液（4.2.16）中，以水稀释至100mL，混匀。

4.2.21 甲基麝香草酚蓝指示剂：称取0.1g甲基麝香草酚蓝与10g氯化钠研细，混匀。

4.2.22 镁标准贮存溶液：称取1.0000g镁（99.95%以上）置于500mL烧杯中，加入200mL水，分次加入总量为30mL盐酸（4.2.7），待完全溶解后，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg镁。或使用有证国家物质（溶液）。

4.2.23 镁标准溶液：移取100.0mL镁标准溶液（4.2.22）于500mL容量瓶中，加入6mL盐酸（4.2.7）以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.2mg镁。

4.2.24 1，2—环己二胺四乙酸（CDTA）标准滴定溶液(C=0.035mol/L）。

4.2.24.1 制备：称取12.75gCDTA置于1000mL烧杯中，加入约500mL水，加入10mL氢氧化钠溶液（4.2.15），搅拌数分钟。加入10mL～15mL氢氧化钠溶液（4.2.15）使其完全溶解。以水稀释至约800mL，用慢速滤纸过滤于1000mL容量瓶中，以水洗涤并稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

4.2.24.2 标定：移取25.00mL镁标准滴定溶液（4.2.22）于500mL锥形烧杯中，加入5g氯化铵，以水稀释至约250mL，加入100mL氨水（4.2.5），冷却，加入0.05g～0.1g甲基麝香草酚蓝指示剂（4.2.21），用CDTA标准滴定溶液（4.2.24.1）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。

4.2.24.3 按式（1）计算CDTA标准滴定溶液的实际浓度：

……………………………………………………(1)

式中：

*CEDTA* ——CDTA标准溶液（4.2.24）对镁的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

*CMg*——镁标准溶液（4.2.22）的浓度，单位为克每升（g/L）；

V′1——移取的镁标准溶液（4.2.22）的体积，单位为毫升（mL）；

V′2——标定时所消耗的CDTA标准溶液（4.2.24）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)。

4.2.25 1，2—环己二胺四乙酸（CDTA）标准溶液（0.01mol/L）。

4.2.25.1 制备：称取3.64gCDTA置于1000mL烧杯中，加入约500mL水，加入5mL氢氧化钠溶液（4.2.15），搅拌数分钟。加入10mL～15mL氢氧化钠溶液（4.2.15）使其完全溶解。以水稀释至约800mL，用慢速滤纸过滤于1000mL容量瓶中，以水洗涤并稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

4.2.25.2 标定：移取30.00mL镁标准溶液（4.2.23）于500mL锥形烧杯中，加入5g氯化铵，以水稀释至约250mL，加入100mL氨水（4.2.5），冷却，加入0.05g～0.1g甲基麝香草酚蓝指示剂（4.2.21），用CDTA标准滴定溶液（4.2.25.1）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。

4.2.25.3 按式（2）计算CDTA标准溶液的实际浓度：

……………………………………………………(2)

式中：

*CEDTA*——CDTA标准溶液（4.2.25）对镁的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

*CMg*——镁标准溶液（4.2.23）的浓度，单位为克每升（g/L）；

V′1——移取的镁标准溶液（4.2.23）的体积，单位为毫升（mL）；

V′2——标定时所消耗的CDTA标准溶液（4.2.25）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)。

4.3 仪器

酸度计。

4.4 试样

将试样加工成厚度不大于1mm的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

称取质量（*m0*）为2.00g试样（4.4），精确至0.0001g。

4.5.2 平行实验

平行地做两份试验，取两次测定结果平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料（4.5.1）做试剂空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料（4.5.1）置于400mL烧杯中，盖上表皿，加约50mL水，缓慢加入50mL盐酸（4.2.7），待剧烈反应停止后，加热使其完全溶解，加入10mL硝酸（4.2.9），加热（但不煮沸）至氢气放尽，煮沸10min。用热水洗涤表皿和杯壁并稀释体积至150mL～200mL，以慢速滤纸过滤，用热盐酸（4.2.6）洗涤滤纸和残渣8次～10次，收集滤液和洗液于400mL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℃灰化完全（不要燃着），冷却。加入2mL硫酸（4.2.10），5mL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10min（ ≤ 700 ℃ ）。冷却。加入数毫升水和1mL～2mL盐酸（4.2.7），加热使沉淀完全溶解（如混浊需过滤），将此溶液合并于主试液中。

镁的质量分数≤ 1.5%时，浓缩体积至约100mL，全部用于测定。

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

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 | 100 | 全部 | 2.0000 |
| >1.5～3.5 | 200 | 100.0 | 1.0000 |
| >3.5～7.0 | 200 | 50.00 | 0.5000 |
| >7.0～12.0 | 200 | 25.00 | 0.2500 |

4.5.4.2 加入5mL三氯化铁溶液（4.2.19）于试液（4.5.4.1）中，将试液移入预先盛有70mL氢氧化钠溶液（4.2.15）的400mL烧杯中，混匀。加入2mL过氧化氢（4.2.4），煮沸5min～10min。取下。加入5mL氰化钾溶液（4.2.14）煮沸5min。用热水稀释体积至约为270mL。盖上表皿保温（但不煮沸）不少于20min。以慢速滤纸过滤，用热氢氧化钠溶液（4.2.16）洗涤沉淀和滤纸5次。保存烧杯。向滤液中加入3g硫酸亚铁，混匀后弃去。

4.5.4.3 用热的50mL盐酸（4.2.12）和2mL盐酸羟胺溶液（4.2.17）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80mL，加热至试液清亮。滴加溴水（4.2.2）至溴的颜色保持不变并过量3mL，煮沸除去过量溴，以水稀释至体积约70mL，冷却。

4.5.4.4 用氨水（4.2.8）调试液至pH4，再用氨水（4.2.13）调试液至pH（4.4±0.2），加热至沸，加入0.3g氧化锌（4.2.1）（先用水调成糊状后移入试液中），混匀。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2mL乙醇（4.2.11），混匀。置于沸水浴上加热5min，加入2mL乙醇（4.2.11），混匀。置于沸水浴上继续加热10min。以慢速滤纸过滤将试液过滤于500mL锥形烧杯中，用热水洗涤沉淀及滤纸8次。

4.5.4.5 将试液以水稀释至约250mL，冷却。用氨水（4.2.5）调至微碱性（用试纸检查）。如试液无色，加入8mL氰化钾溶液（4.2.14），如试液呈蓝色，边搅拌边滴加氰化钾溶液（4.2.14）至试液变为无色并过量8mL。加入1mLEGTA溶液（4.2.20）、100mL氨水（4.2.5）、0.05g～0.1g甲基麝香草酚蓝指示剂（4.2.21）。搅拌，用CDTA标准溶液［镁的质量分数 ≤ 0.5%时，用CDTA标准溶液（4.2.25），镁的质量分数> 0.5%时，用CDTA标准溶液（4.2.24）］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。

4.6 试验数据的处理

4.6.1镁含量以镁的质量分数*wMg*计，按式（3）计算镁的质量分数：

*wMg=* …………………………………(3)

式中：

*CMg*——CDTA标准溶液（4.2.25或4.2.24）对镁的实际浓度，单位为升每摩尔（mol/L）；

V′1——滴定时所消耗的CDTA标准溶液（4.2.25或4.2.24）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（4.2.25或4.24）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）。

24.305——镁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/moL）；

4.6.2计算结果表示至小数点后两位有效数字，数值修约执行GB/T 8170—2008中3.2、3.3条款。

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求得。

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Mg /%： | 0.132 | 1.71 | 6.62 | 12.38 |
| *ｒ*/%： | 0.012 | 0.11 | 0.19 | 0.31 |

4.7.2 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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Mg /%： | 0.132 | 1.71 | 6.62 | 12.38 |
| *R*/%： | 0.015 | 0.12 | 0.19 | 0.32 |

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285.2nm或279.6nm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。

5.2试剂

5.2.1 铝(99.99%，不含镁)。

5.2.2 硝酸(ρ1.42g/mL)。

5.2.3 氢氟酸(ρ1.14g/ mL)。

5.2.4 过氧化氢(ρ1.10g/mL)。

5.2.5 盐酸(1+1)。

5.2.6 硫酸(1+1)。

5.2.7 氯化锶溶液(50mg/mL):称取76g氯化锶于500mL烧杯中，加入400mL水溶解，移入500mL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。

5.2.8 铝溶液（2Omg/mL）:称取20.00g经酸洗的铝（5.2.1），置于1O00mL烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为800mL的盐酸(5.2.5)，加1滴汞助溶。待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解，加人数滴过氧化氢(15.4)，煮沸数分钟，分解过量的过氧化氢，冷却。将溶液移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.2.9 铝溶液(1mg/mL):移取50.00 mL铝溶液（5.2.8）于1000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1.000g镁(99.95%)置于1000mL锥形烧杯中，加入200mL水和30mL盐酸(5.2.5)，待完全溶解后，移人1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1.0mg镁。

5.2.11 镁标准溶液:移取50.00mL镁标准贮存溶液(5.2.10)于1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含0.05mg镁。

5.2.12 镁标准溶液:移取10.00mL镁标准溶液(5.2.11)于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含0.005mg镁。

5.3 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0.008µg/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。

5.4 试样

将试样加工成厚度不大于1mm的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

称取质量（*m0*）为0.50g试样（5.4）

5.5.2平行试验

平行地做两份试验，取两次测定结果的平均值。

5.5.3 空白试验

称取0.50g铝（5.2.1）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250mL烧杯中，盖上表皿，加入3OmL～4OmL水，分次加入总量为20mL的盐酸(5.2.5)，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（15.4），煮沸10min以分解过量的过氧化氢，冷却。

5.5.4.2 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550ºC灼烧，冷却。加入2mL硫酸(5.2.6)，5mL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700ºC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)，将此试液合并于原滤液中。

5.5.4.3 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(5.5.4.1)或处理不溶物后合并的试液移人250mL容量瓶中，仅当用空气-乙炔火焰时加入20mL氯化锶溶液(5.2.9)，以水稀释至刻度，混匀。

镁的质量分数在>0.05% ～ 0.25%时，将试液(5.5.4.1)或处理不溶物后合并的试液移人500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移取100.00mL此试液于250mL容量瓶中，仅当用空气-乙炔火焰时加入5mL氯化锶溶液(5.2.9)，以水稀释至刻度，混匀。

镁的质量分数在>0.25% ～ 1.00%时，将试液(5.5.4.1)或处理不溶物后合并的试液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移取25.00mL此试液于250mL容量瓶中，仅当用空气-乙炔火焰时加入5mL氯化锶溶液(5.2.9)，以水稀释至刻度，混匀。

镁的质量分数在>1.00% ～5.00%时，将试液(5.5.4.1)或处理不溶物后合并的试液移人500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移取5.00mL此试液于250mL容量瓶中。仅当用空气-乙炔火焰时加入5mL氯化锶溶液(5.2.9)，以水稀释至刻度，混匀。

5.5.4.4 将随同试料所做的空白试验溶液(5.5.3)和根据试料中镁含量而制备的试液(18.4.3)于原子吸收光谱仪波长285.2nm处或279.6mm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。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 系列标准溶液的制备

5.5.5.1.1 适用于质量分数为0.002%～0.005%镁含量

移取0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.0OmL镁标准溶液(5.2.12)分别置于一组250mL容量瓶中各加入25.0mL的铝溶液(5.2.8)，仅当用空气-乙炔火焰时加入20mL氯化锶溶液(5.2.7)以水稀释至刻度，混匀。

5.5.5.1.2 适用于质量分数为0.005%～0.05%镁含量

移取0mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.0OmL镁标准溶液(5.2.11)分别置于一组250mL容量瓶中各加入25.0mL的铝溶液(5.2.8)，仅当用空气-乙炔火焰时加入20mL氯化锶溶液(5.2.7)以水稀释至刻度，混匀。

5.5.5.1.3 适用于质量分数为0.05% ～ 0.25%镁含量

移取0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL镁标准溶液(5.2.11)分别置于一组250mL容量瓶中，各加入100mL的铝溶液(5.2.9)，仅当用空气-乙炔火焰时加入5mL氯化锶溶液(5.2.7)，以水稀释至刻度，混匀。

5.5.5.1.4 适用于质量分数为0.25% ～ 1.00%镁含量

移取0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.0OmL镁标准的（5.2.11）溶液分别置于一组250mL容量瓶中，各加入25.0mL的铝溶液(5.2.9)，仅当用空气-乙炔火焰时加入5mL氯化锶溶液（5.2.7），以水稀释至刻度，混匀。

5.5.5.1.5 适用于质量分数为1.00%～12.00%镁含量

移取0mL、1.00mL、3.00mL、6.00mL、9.00mL、12.00mL镁标准溶液(5.2.11)分别置于一组250mL容量瓶中，各加入5.0mL的铝溶液(5.2.9)，仅当用空气-乙炔火焰时加入5mL氯化锶溶液(5.2.7)，以水稀释至刻度，混匀。

5.5.5.2 测量

将系列标准溶液(5.5.5.1)于原子吸收光谱仪波长285.2nm处或279.6nm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。

5.6 试验结果的处理

5.6.1 镁含量以镁的质量分数*wMg*计，按公式(4)计算：

×100%…………………………（4）

式中：

*m2*——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）；

T——稀释系数。18.4.3中四种情况的R值分别为1、5、20、100。

5.6.2 计算结果表示至小数点后二位。数值修约执行GB/T 8170中3.2、3.3条款。

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4数据采用线性内插法求得。

表4 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Mg /%： | 0.0044 | 0.045 | 0.670 | 4.45 | 12.38 |
| *ｒ*/%： | 0.000464 | 0.0028 | 0.038 | 0.216 | 0.35 |

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5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Mg /%： | 0.0044 | 0.045 | 0.670 | 4.45 | 12.38 |
| *R*/%： | 0.00083 | 0.0066 | 0.061 | 0.23 | 0.38 |

6 方法三

7 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。

8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的以下内容：

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）在本方法标准中没有明确说明或是可选择的、且可能影响结果的任何操作；