



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.2—20XX

代替GB/T 13748.2-2005、GB/T 13748.11-2005、GB/T 13748.12-2013  
GB/T 13748.14-2013、GB/T 13748.19-2005

## 镁及镁合金化学分析方法 第2部分：锡、铍、铜、镍、钛含量的测定 分光光度法

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys—  
Part 2: Determination of tin, beryllium, copper, nickel and titanium  
content—  
Spectrophotometric method

(送审稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

# 前 言

本文件是按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》的第2部分。GB/T 13748已经发布了以下部分：

- 第1部分：铝含量的测定；
- 第2部分：锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法；
- 第3部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第6部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：锆含量的测定；
- 第8部分：稀土含量的测定 重量法；
- 第9部分：铁含量测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第10部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：铍含量的测定 依莱铬氰蓝R分光光度法；
- 第12部分：铜含量的测定；
- 第13部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第14部分：镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第15部分：锌含量的测定；
- 第16部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第17部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第18部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第19部分：钛含量的测定 二安替比啉甲烷分光光度法；
- 第20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21部分：光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量；
- 第22部分：钍含量的测定；
- 第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法；
- 第24部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法。

本文件代替GB/T 13748.2-2005《镁及镁合金化学分析方法 锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法》、GB/T 13748.11-2005《镁及镁合金化学分析方法 铍含量的测定 依莱铬氰蓝R分光光度法》、GB/T 13748.12-2013《镁及镁合金化学分析方法 第12部分：铜含量的测定》、GB/T 13748.14-2013《镁及镁合金化学分析方法 第14部分：镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法》、GB/T 13748.19-2005《镁及镁合金化学分析方法 钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法》，与GB/T 13748.2-2005相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了铍元素、铜元素、镍元素、钛元素含量的测定（见第1章，GB/T 13748.2-2005的第1章）；
- b) 更改了适用范围，由“原生镁锭”更改为“镁及镁合金”（见第1章，GB/T 13748.2-2005的第1章）；
- c) 更改了锡的测量范围，由“0.0005%~0.0100%”更改为“0.0005%~0.010%和0.50%~1.50%”（见第1章，2 GB/T 13748.2-2005的第1章）；
- d) 增加了锡的质量分数>0.50%~1.50%时，称样量为0.20g（见6.3.1，GB/T 13748.2-2005的6.1）；

- e) 更改了比色皿厚度，由 3cm 更改为 1cm（见 6.3.4.5，GB/T 13748.2-2005 的 6.4.5）；
- f) 更改了邻苯二酚紫溶液和溴化十六烷基三甲铵溶液用量，由 5.0mL 更改为 3.0mL（见 6.3.4.4，GB/T 13748.2-2005 的 6.4.4）；
- g) 更改了“分析结果的计算”为“试验数据处理”，增加了数值修约执行 GB/T 8170（见 6.4，GB/T 13748.2-2005 的第 7 章）；
- h) 更改了“重复性”（见 6.5.1，GB/T 13748.2-2005 的 8.1）；
- i) 更改了“允许差”为“再现性”，使用“再现性限”代替“相对允许差”（见 6.5.2，GB/T 13748.2-2005 的 8.2）；
- j) 增加了“铍含量的测定”（见第 7 章）；
- k) 增加了“铜含量的测定”（见第 8 章）；
- l) 增加了“镍含量的测定”（见第 9 章）；
- m) 增加了“钛含量的测定”（见第 10 章）；
- n) 删除“质量控制与保证”（见 GB/T 13748.2-2005 的第 9 章）；
- o) 增加了“试验报告”（见第 11 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：中铝检测科技（郑州）有限公司、XXX XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2005 年首次发布为 GB/T 13748.2-2005；

——本次为第一次修订，本次修订并入了 GB/T 13748.11-2005、GB/T 13748.12-2013、GB/T 13748.14-2013、GB/T 13748.19-2005。

## 引 言

镁及镁合金是一类重要的轻金属材料，在航空航天、汽车制造、医疗器械、新能源等领域具有广泛应用。GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》是我国唯一的镁及镁合金化学分析方法标准，对于提高不同实验室间分析检测结果的可靠性和可比性，提升行业内化学分析的技术水平，消除供应商和客户之间因检测结果差异而造成的贸易纠纷起着重要作用。GB/T 13748 覆盖了镁及镁合金中 30 多种元素，包含了分光光度法、滴定法、重量法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、光电直读原子发射光谱法、X 射线荧光光谱法、辉光放电质谱法等多种分析方法，为我国镁及镁合金产品的研发、生产、应用和贸易等提供重要的技术支撑和保障。

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》拟由以下部分构成：

- 第1部分：铝含量的测定；
- 第2部分：锡、铍、铜、镍、钛含量的测定 分光光度法；
- 第3部分：锂、银含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第4部分：锰、铅含量的测定 分光光度法；
- 第8部分：稀土含量的测定；
- 第9部分：铁、硅含量的测定 分光光度法；
- 第13部分：铅、钙、钾、钠含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第15部分：锌含量的测定；
- 第18部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第20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21部分：元素含量的测定 光电直读原子发射光谱法；
- 第22部分：钍含量的测定；
- 第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法；
- 第24部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法；
- 第25部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第26部分：砷含量和汞含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第27部分：铬含量的测定。

GB/T 13748.2 给出了镁及镁合金中锡、铍、铜、镍、钛含量的测定，修订中对邻苯二酚紫分光光度法重新进行了验证，同时增加了铍、铜、镍、钛含量的测定，对测定铍、铜、镍、钛的试验条件进行了研究，通过精密度与准确度试验验证了方法的可行性，给出了方法的精密度。修订后的标准能够满足当前镁及镁合金生产、贸易、分析检测的需求。

镁及镁合金化学分析方法  
第2部分：锡、铍、铜、镍、钛含量的测定  
分光光度法

1 范围

本文件规定了镁及镁合金中锡、铍、铜、镍、钛含量的测定方法。  
本文件适用于镁及镁合金中锡、铍、铜、镍、钛含量的测定，测定范围见表1。

表1 测定范围

| 元素 | 测定范围/%       | 元素 | 测定范围/%       |
|----|--------------|----|--------------|
| Sn | 0.0005~0.010 | Cu | 0.0003~4.0   |
|    | 0.50~1.50    | Ni | 0.0001~0.050 |
| Be | 0.0002~0.020 | Ti | 0.0005~0.020 |

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判断

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 仪器设备

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 酸度计，附玻璃电极。

5 样品

将样品加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

6 锡含量的测定

6.1 方法概述

试料用硝酸分解，在氯化铵存在下加入铁盐，用氢氧化钠调节溶液pH值为7~8，共沉淀锡分离镁，用硫酸溶解沉淀。在硫酸-柠檬酸介质中，锡（IV）与邻苯二酚紫和溴化十六烷基三甲铵形成绿色络合物，于分光光度计波长662 nm处测量其吸光度，根据工作曲线查得锡的

质量，计算得到锡的质量分数。  
铁（Ⅲ）的干扰用抗坏血酸还原至低价消除。

6.2 试剂或材料

- 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。
- 6.2.1 氯化铵，优级纯。
  - 6.2.2 氨水（ $\rho=0.90\text{ g/mL}$ ）。
  - 6.2.3 硝酸（1+1）。
  - 6.2.4 硫酸（1+1）。
  - 6.2.5 硫酸（ $1.0\text{ mol/L}$ ）：100 mL 含 2~3 滴过氧化氢（ $\rho=1.10\text{ g/mL}$ ）。
  - 6.2.6 硫酸-柠檬酸混合酸：称取 25.0 g 柠檬酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ）溶于 400 mL 水中，缓慢加入 30 mL 硫酸（ $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ），用水稀释至 500 mL，混匀。
  - 6.2.7 氢氧化钠溶液（ $200\text{ g/L}$ ）：称取 100 g 氢氧化钠溶于 500 mL 水中。
  - 6.2.8 抗坏血酸溶液（ $20\text{ g/L}$ ）：称取 10 g 抗坏血酸溶于 500 mL 水中。用时配制。
  - 6.2.9 邻苯二酚紫溶液（ $1.0\text{ g/L}$ ）：称取 0.10 g 邻苯二酚紫（ $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{O}_5$ ）溶于水中，稀释至 100 mL，混匀。
  - 6.2.10 溴化十六烷基三甲铵溶液（ $0.3\text{ g/L}$ ）：称取 0.15 g 溴化十六烷基三甲铵（ $\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$ ）溶于 350 mL 无水乙醇中，用水稀释至 500 mL，混匀。
  - 6.2.11 铁溶液（ $1\text{ g/L}$ ）：称取 0.484 g 氯化铁（ $\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）于烧杯中，加入 6 mL 盐酸（1+1），用水溶解稀释至 100 mL，混匀。
  - 6.2.12 氯化铵洗液（ $10\text{ g/L}$ ）：称取 1 g 氯化铵溶于 100 mL 水中，加入 1 mL 氨水（6.2.2）。
  - 6.2.13 锡标准贮存溶液（ $0.1\text{ mg/mL}$ ）：优先使用有证标准溶液。或称取 0.1000 g 金属锡（ $w_{\text{Sn}}\geq 99.9\%$ ）于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 硫酸（ $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ），加热至完全溶解冒硫酸白烟，冷却，加入 25 mL 硫酸（ $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ），用硫酸（1+9）移入 1000 mL 容量瓶中，用硫酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锡。
  - 6.2.14 锡标准溶液：移取 25.00 mL 锡标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，用硫酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5.0  $\mu\text{g}$  锡。用时配制。

6.3 试验步骤

6.3.1 试料

按表 1 称取样品（5），精确至 0.000 1g，记为  $m_0$ 。

表 1 试料量、试液体积和移取试液体积

| 锡的质量分数<br>%    | 试料量 $m_0$<br>g | 试液体积 $V_0$<br>mL | 移取试液体积 $V_i$<br>mL |
|----------------|----------------|------------------|--------------------|
| 0.0005~0.0010  | 2.00           | ——               | 全部                 |
| >0.0010~0.0050 |                | 100              | 20.00              |
| >0.0050~0.010  |                | 100              | 10.00              |
| >0.50~1.50     | 0.20           | 250              | 2.00               |

6.3.2 平行试验

平行做两份试验。

6.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 6.3.4 测定

6.3.4.1 将试料置于 300 mL 烧杯中，加水约 50 mL，分次加 35 mL 硝酸（6.2.3），盖上表面皿，加热至试料完全溶解，煮沸 5 min，用水洗表皿及杯壁，加水至 150 mL。

6.3.4.2 加入 5 mL 铁溶液，10 g 氯化铵，用氨水调至刚出现氢氧化铁沉淀（此时溶液 pH 值为 6~7），加入 6 mL~7 mL 氨水，加水至 200 mL，煮沸 1 min~2 min。

6.3.4.3 取下稍冷，趁热用快速滤纸过滤，用热氯化铵洗液洗涤烧杯及沉淀各 8~10 次，弃去滤液。用 20 mL 热硫酸（6.2.5）溶解沉淀于原烧杯中，用水洗涤 4~5 次。以氢氧化钠溶液调至刚出现褐色沉淀，用硫酸（6.2.4）调至沉淀恰好溶解并过量 1 滴，加热至试液清亮。

6.3.4.4 按表 1 将试液移入相应容量瓶（ $V_0$ ）中，用水稀释至刻度，混匀。按表 1 移取试液于 50 mL 容量瓶（ $V_1$ ）中，加入 10.0 mL 硫酸-柠檬酸混合酸，5.0 mL 抗坏血酸溶液，混匀，加入 3.0 mL 邻苯二酚紫溶液，3.0 mL 溴化十六烷基三甲铵溶液（每加一种试剂须轻轻混匀），用水稀释至刻度，混匀，放置 30 min。

6.3.4.5 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以随同试料的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 662 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查得相应的锡的质量（ $m_i$ ）。

#### 6.3.5 工作曲线的绘制

6.3.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锡标准溶液置于一组 50 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 硫酸-柠檬酸混合酸，以下按 6.3.4.4 步骤进行。

6.3.5.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液（未加锡标准溶液者）为参比，于分光光度计波长 662 nm 处测量其吸光度，以锡的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

#### 6.4 试验数据处理

锡含量以锡的质量分数  $w_{Sn}$  计，数值以质量百分数表示，按公式（1）计算：

$$w_{Sn} = \frac{m_i \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_i$  — 从工作曲线上查得锡的质量，单位为微克（ $\mu g$ ）；

$m_0$  — 试料的质量，单位为克（g）；

$V_i$  — 移取试液体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$  — 试液总体积，单位为毫升（mL）。

当锡的质量分数  $< 0.10\%$  时，计算结果保留两位有效数字；当锡的质量分数  $\geq 0.10\% \sim 1.00\%$  时，计算结果保留两位有效数字；当锡的质量分数  $\geq 1.00\%$  时，计算结果表示到小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

#### 6.5 精密度

##### 6.5.1 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，在表 2 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 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 2 重复性限 (*r*)

|                           |         |        |       |      |      |      |
|---------------------------|---------|--------|-------|------|------|------|
| <i>w<sub>Sn</sub></i> / % | 0.00064 | 0.0027 | 0.014 | 0.49 | 0.93 | 1.50 |
| <i>r</i> / %              | 0.00012 | 0.0004 | 0.002 | 0.02 | 0.03 | 0.04 |

6.5.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3 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 3 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 3 再现性限 (*R*)

|                           |         |        |       |      |      |      |
|---------------------------|---------|--------|-------|------|------|------|
| <i>w<sub>Sn</sub></i> / % | 0.00064 | 0.0027 | 0.014 | 0.49 | 0.93 | 1.50 |
| <i>R</i> / %              | 0.00019 | 0.0006 | 0.003 | 0.03 | 0.05 | 0.06 |

7 铍含量的测定

7.1 方法概述

试料以盐酸溶解，以乙二胺四乙酸二钠和酒石酸钠为掩蔽剂，在氨-硝酸铵缓冲溶液中，铍与依来铬氰蓝 R、溴化十六烷基三甲胺形成三元络合物，于分光光度计波长 558 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得铍的质量，计算得到铍的质量分数。

7.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

- 7.2.1 氢氟酸 ( $\rho=1.14\text{ g/mL}$ )。
- 7.2.2 过氧化氢 ( $\rho=1.10\text{ g/mL}$ )。
- 7.2.3 盐酸 (1+1)。
- 7.2.4 氨水 (1+1)。
- 7.2.5 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液 (100 g/L)。
- 7.2.6 酒石酸钠溶液 (100 g/L)。
- 7.2.7 依来铬氰蓝 R 溶液 (2 g/L)：称取 0.50 g 依来铬氰蓝 R (简称 SCR,  $\text{C}_{23}\text{H}_{15}\text{O}_9\text{SNa}_3$ ) 置于烧杯中，加入 4 mL 硝酸 (1+1)，搅匀，加水溶解完全，过滤于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
- 7.2.8 溴化十六烷基三甲胺溶液 (3 g/L)：称取 0.75 g 溴化十六烷基三甲胺 ( $\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$ ) 溶解于 200 mL 温水中，加入 10 mL 无水乙醇，过滤于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
- 7.2.9 氨-硝酸铵缓冲溶液：称取 45 g 硝酸铵溶解于 400 mL 水中，加入 65 mL 氨水 ( $\rho=0.90\text{ g/mL}$ )，混匀，在酸度计上用氨水 (7.2.4) 或硝酸 (1+1) 调节至 pH 值为 9.6，以水稀释至 500 mL，混匀。
- 7.2.10 镁溶液 (10 mg/mL)：称取 2.50 g 金属镁 ( $w_{\text{Mg}}\geq 99.9\%$ ，不含铍) 置于 500 mL 烧杯中，盖上表面皿，分次加入 75 mL 盐酸 (7.2.3)，待剧烈反应停止后，缓慢加热至溶解完全，冷却，移入 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
- 7.2.11 铍标准贮存溶液 (100  $\mu\text{g/mL}$ )：优先使用有证标准溶液。或按以下方式配制和标定。  
——配制：称取 0.500 g 硫酸铍 ( $\text{BeSO}_4\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) 溶解于 50 mL 水中，过滤于 250 mL 容量

瓶中，加入 85 mL 盐酸（7.2.3），以水稀释至刻度，混匀。

——标定：移取 50.00 mL（ $V$ ）铍标准贮存溶液于 250 mL 烧杯中，加 30 mL 水，加热煮沸，取下，加入 4 mL EDTA 溶液、3 滴百里酚蓝乙醇溶液（1 g/L），滴加氨水（7.2.4）至溶液呈明显的蓝色并过量 5 滴，加热至微沸，在近沸下保温 30 min，取下，放置 12 h 以上。用中速定量滤纸过滤，以氨水（5+95）洗涤烧杯 5~6 次，洗涤沉淀 7~8 次。将沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中，干燥、灰化，于 1000 °C 灼烧 45 min，取出，稍冷。置于干燥器中冷却 40 min，称量，重复灼烧至恒重（ $m$ ）。

按式（2）计算铍标准贮存溶液的质量浓度：

$$\rho_{Be} = \frac{0.3603 \times m}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\rho_{Be}$ —铍标准贮存溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ —灼烧后沉淀质量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$V$ —移取铍标准贮存溶液体积，单位为毫升（mL）；

0.3603—氧化铍换算为铍的因数。

计算结果保留四位有效数字。数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

7.2.12 铍标准溶液：移取适量（25.00 mL）铍标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，加入 167 mL 盐酸（7.2.3），以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu\text{g}$  铍。用时现配。

7.2.13 铍标准溶液：移取 25.00 mL 铍标准溶液（7.2.12）于 250 mL 容量瓶中，加入 75 mL 盐酸（7.2.3），以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5  $\mu\text{g}$  铍。用时现配。

7.2.14 铍标准溶液：移取 10.00 mL 铍标准溶液（7.2.12）于 250 mL 容量瓶中，加入 80 mL 盐酸（7.2.3），以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.2  $\mu\text{g}$  铍。用时现配。

7.2.15 对硝基苯酚溶液（2 g/L）。

7.3 试验步骤

7.3.1 试料

按表 5 称取样品（5），精确至 0.0001 g，记为  $m_0$ 。

表 5 试料量、试液总体积和移取试液体积

| 铍的质量分数<br>%    | 试料量 $m_0$<br>g | 试液<br>总体积 $V_0$ | 移取试液<br>体积 $V_I$ | 显色体积 | EDTA 体积 | 空白加镁溶液<br>体积 | 试液补加<br>镁溶液体积 |
|----------------|----------------|-----------------|------------------|------|---------|--------------|---------------|
|                |                | mL              |                  |      |         |              |               |
| 0.0002~0.0010  | 1.00           | 100             | 10.00            | 100  | 25      | 10.0         | —             |
| >0.0010~0.0025 | 1.00           | 250             | 10.00            | 100  | 25      | 10.0         | 6.0           |
| >0.0025~0.0050 | 1.00           | 250             | 5.00             | 100  | 25      | 10.0         | 8.0           |
| >0.0050~0.020  | 0.50           | 250             | 10.00            | 50   | 6       | 2.0          | —             |

7.3.2 平行试验

平行做两份试验。

7.3.3 空白试验

按表 5 移取镁溶液于相应容量瓶中，以下按 7.3.4.3~7.3.4.5 步骤进行。

7.3.4 测定

7.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 水，盖上表面皿，沿杯壁缓慢加入 25 mL 盐酸（7.2.3），待剧烈反应停止后，加入 1 滴过氧化氢（含铍的镁合金需加入 2 滴氢氟酸），加热溶解完全，取下，冷却至室温。

7.3.4.2 按表 5 将试液移入相应容量瓶（ $V_0$ ）中（若浑浊，需过滤），以水稀释至刻度，混匀。按表 5 移取试液（ $V_1$ ）于相应容量瓶中，并补加镁溶液，混匀。

7.3.4.3 加入 2 mL 酒石酸钠溶液，按表 5 加入 EDTA 溶液、1 滴对硝基苯酚溶液，用氨水（7.2.4）调节至溶液呈浅黄色并过量 1.5 mL。

7.3.4.4 加入 4 mL 氨-硝酸铵缓冲溶液、4 mL 溴化十六烷基三甲基胺溶液，缓慢混匀，放置 5 min，在不断摇动下加入 5 mL 依来铬氰蓝 R 溶液，混匀，放置 5 min，以水稀释至刻度，混匀，放置 10 min。

7.3.4.5 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以随同试料的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 558 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铍的质量（ $m_1$ ）。

### 7.3.5 工作曲线的绘制

7.3.5.1 根据铍的质量分数，工作曲线系列标准溶液的配制分为 2 种：

——铍的质量分数为 0.0002%~0.0050%时：分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铍标准溶液（7.2.14）置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 镁溶液，混匀，以下按 7.3.4.3~7.3.4.4 步骤进行。

——铍的质量分数 $\geq$ 0.0050%~0.020%时：分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铍标准溶液（7.2.13）于一组 50 mL 容量瓶中，加入 2.0 mL 镁溶液，混匀，以下按 7.3.4.3~7.3.4.4 步骤进行。

7.3.5.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液（未加铍标准溶液者）为参比，于分光光度计波长 558 nm 处测量其吸光度。以铍的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

## 7.4 试验数据处理

铍含量以铍的质量分数  $w_{Be}$  计，数值以质量百分数表示，按公式（3）计算：

$$\omega(Be) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_1$ —自工作曲线上查得铍的质量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$V_0$ —试液总体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$ —移取试液体积，单位为毫升（mL）；

$m_0$ —试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 7.5 精密度

### 7.5.1 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，在表 6 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 6 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 6 重复性限（ $r$ ）

| $w_{Be} / \%$ | 0.00086 | 0.0050 | 0.018 |
|---------------|---------|--------|-------|
|---------------|---------|--------|-------|

|          |         |        |       |
|----------|---------|--------|-------|
| $r / \%$ | 0.00013 | 0.0003 | 0.002 |
|----------|---------|--------|-------|

7.5.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 7 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 7 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 7 再现性限 ( $R$ )

|               |         |        |       |
|---------------|---------|--------|-------|
| $w_{Fe} / \%$ | 0.00086 | 0.0050 | 0.018 |
| $R / \%$      | 0.00020 | 0.0004 | 0.003 |

8 铜含量的测定

8.1 新亚铜灵萃取光度法

8.1.1 方法概述

试料用盐酸、过氧化氢溶解，用柠檬酸铵掩蔽  $Fe^{3+}$ ，用盐酸羟胺将  $Cu^{2+}$  还原至  $Cu^{+}$ ，调节溶液 pH 值为 5，铜与新亚铜灵生成黄色络合物，以三氯甲烷萃取，于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得铜的质量，计算得到铜的质量分数。适用于质量分数 0.00030%~0.20% 铜含量的测定。

8.1.2 试剂或材料

**警示**—三氯甲烷为剧毒物质，操作时应按照规定要求佩戴防护用品，避免接触皮肤和衣物，操作时应在通风橱中完成。

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

8.1.2.1 三氯甲烷。

8.1.2.2 过氧化氢 ( $\rho=1.10\text{ g/mL}$ )，优级纯。

8.1.2.3 盐酸 (1+1)，优级纯。

8.1.2.4 盐酸羟胺溶液 (100 g/L)，用时现配。

8.1.2.5 柠檬酸铵溶液 (500 g/L)。

8.1.2.6 氨水 (1+1)，优级纯。

8.1.2.7 新亚铜灵 (2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲) 乙醇溶液 (1 g/L)。

8.1.2.8 铜标准贮存溶液 (1 mg/mL)：优先使用有证标准溶液。或称取 1.0000 g 金属铜 ( $w_{Cu} \geq 99.99\%$ ) 于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 硝酸 ( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )，缓慢加热至溶解完全，冷却，用水移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

8.1.2.9 铜标准溶液：移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液置于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  铜。

8.1.2.10 铜标准溶液：移取 25.00mL 铜标准溶液 (8.1.2.9) 置于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  铜。用时现配。

8.1.2.11 铜标准溶液：移取 25.00 mL 铜标准溶液 (8.1.2.10) 置于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  铜。用时现配。

8.1.2.12 精密 pH 试纸 (pH5.0~pH8.0)。

8.1.3 试验步骤

8.1.3.1 试料

按表 8 称取样品（5），精确至 0.0001 g，记为  $m_0$ 。

表 8 试料量、盐酸用量和移取试液体积

| 铜的质量分数<br>%   | 试料量 $m_0$<br>g | 盐酸 (8.1.2.3) 用量<br>mL | 移取试液体积 $V_1$<br>mL |
|---------------|----------------|-----------------------|--------------------|
| 0.00030~0.001 | 1.00           | 30.0                  | —                  |
| >0.001~0.010  | 0.50           | 15.0                  | —                  |
| >0.010~0.050  | 0.10           | 15.0                  | —                  |
| >0.050~0.20   | 0.10           | 15.0                  | 10.00              |

8.1.3.2 平行试验

平行做两份试验。

8.1.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.1.3.4 测定

8.1.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，按表 8 加入盐酸（8.1.2.3），滴加 3~5 滴过氧化氢，缓缓加热至试料完全溶解，加热蒸发至试液体积约 5 mL，冷却。

8.1.3.4.2 将试液置于 125 mL 分液漏斗中，用水稀释至约 30 mL。[铜的质量分数大于 0.05% 时，将试液移入 100 mL 容量瓶（ $V_0$ ）中，以水稀释至刻度，混匀。按表 8 移取 10.00 mL 试液（ $V_1$ ），置于 125 mL 分液漏斗中]。

8.1.3.4.3 于分液漏斗中加入 15 mL 柠檬酸铵溶液、5 mL 盐酸羟胺溶液，用氨水调节溶液 pH 值为 5，按表 9 加入新亚铜灵溶液（每加入一种试剂，均需混匀），加入 10.00 mL 三氯甲烷，振荡 2 min，静置分层后，将有机相用滤纸干过滤于干燥的 10 mL 比色管中。

表 9 铜、锌的质量分数和新亚铜灵用量

| 铜的质量分数<br>%   | 锌的质量分数<br>% | 新亚铜灵溶液用量<br>mL |
|---------------|-------------|----------------|
| 0.0003~0.0010 | —           | 5.0            |
| >0.0010~0.010 | $\leq 4.0$  | 20.0           |
| >0.010~0.050  | $\leq 7.0$  | 5.0            |
| >0.050~0.20   | $\leq 7.0$  | 5.0            |

8.1.3.4.4 将部分溶液移入干燥的 1 cm 比色皿中，以随同试料的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的铜的质量（ $m_1$ ）。

8.1.3.5 工作曲线的绘制

8.1.3.5.1 根据铜的质量分数，工作曲线系列标准溶液的配制分为 2 种：

——铜的质量分数在 0.0003%~0.0010% 时：分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液（8.1.2.11）置于一组 125 mL 分液漏斗中，用水稀释至约 30 mL，以下按 8.1.3.4.3 步骤进行。

——铜的质量分数  $\geq 0.0010\%$ ~0.20% 时：分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铜标准溶液（8.1.2.10），分别置于一组 125 mL 分液漏斗中，用水稀释至

约 30 mL，以下按 8.1.3.4.3 步骤进行。

8.1.3.5.2 将部分溶液移入干燥的 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液（未加铜标准溶液者）为参比，于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。以铜的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

#### 8.1.4 试验数据处理

铜含量以铜的质量分数  $w_{Cu}$  计，数值以质量百分数表示，按公式（4）计算：

$$w_{Cu} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_1$ ——自工作曲线上查得铜的质量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$V_0$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）；

$V_1$ ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

当铜的质量分数  $< 0.10\%$  时，计算结果保留两位有效数字；当铜的质量分数  $\geq 0.10\% \sim 1.00\%$  时，计算结果保留三位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

#### 8.1.5 精密度

##### 8.1.5.1 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，在表 10 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 10 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 10 重复性限（ $r$ ）

|               |         |        |       |       |
|---------------|---------|--------|-------|-------|
| $w_{Cu} / \%$ | 0.00063 | 0.0041 | 0.066 | 0.178 |
| $r / \%$      | 0.00022 | 0.0004 | 0.004 | 0.011 |

##### 8.1.5.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 11 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 11 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 11 再现性限（ $R$ ）

|               |         |        |       |       |
|---------------|---------|--------|-------|-------|
| $w_{Cu} / \%$ | 0.00063 | 0.0041 | 0.066 | 0.178 |
| $R / \%$      | 0.00035 | 0.0006 | 0.006 | 0.018 |

#### 8.2 新亚铜灵分光光度法

##### 8.2.1 方法概述

试料用盐酸和过氧化氢溶解，在柠檬酸铵存在下用盐酸羟胺将  $\text{Cu}^{2+}$  还原至  $\text{Cu}^+$ ，在溶液 pH 值约为 6 时，铜与新亚铜灵生成黄色络合物，于分光光度计波长 455 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得铜的质量，计算得到铜的质量分数。适用于质量分数 2.00%~4.00% 铜含量的测定。

## 8.2.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

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

8.2.2.2 盐酸（1+1）。

8.2.2.3 硝酸（1+1）。

8.2.2.4 盐酸羟胺溶液（100 g/L）。

8.2.2.5 新亚铜灵（2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲）乙醇溶液（1 g/L）。

8.2.2.6 柠檬酸铵溶液（500 g/L）。

8.2.2.7 铜标准溶液（100  $\mu\text{g/mL}$ ）：优先使用有证标准溶液。或称取 0.0500 g 金属铜（ $w_{\text{Cu}}\geq 99.99\%$ ）于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 水及 10 mL 硝酸（8.2.2.3），低温加热至完全溶解，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  铜。

## 8.2.3 试验步骤

### 8.2.3.1 试料

称取 0.50 g 样品（5），精确至 0.0001 g，记为  $m_0$ 。

### 8.2.3.2 平行试验

平行做两份试验。

### 8.2.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 8.2.3.4 测定

8.2.3.4.1 将试料置于 200 mL 烧杯中，缓慢加入 15 mL 盐酸（8.2.2.2），滴加过氧化氢，缓慢加热至试料完全溶解，冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶（ $V_0$ ）中，用水稀释至刻度，混匀。

8.2.3.4.2 移取 10.00 mL 试液（ $V_1$ ）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 柠檬酸铵溶液，混匀，加入 5 mL 盐酸羟胺溶液，混匀，静置片刻，边摇边加入 10 mL 新亚铜灵乙醇溶液，用水稀释至刻度，混匀。

8.2.3.4.3 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以随同试料的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 455 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铜的质量（ $m_1$ ）。

### 8.2.3.5 工作曲线的绘制

8.2.3.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL、8.00 mL 铜标准溶液置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 柠檬酸铵溶液，混匀，以下按 8.2.3.4.2 步骤进行。

8.2.3.5.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液（未加铜标准溶液者）为参比，于分光光度计波长 455 nm 处测量其吸光度。以铜的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

## 8.2.4 试验数据处理

铜含量以铜的质量分数  $w_{\text{Cu}}$  计，数值以质量百分数表示，按公式（5）计算：

$$w_{Cu} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：  
 $m_1$ ——自工作曲线上查得铜的质量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；  
 $V_0$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；  
 $m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）；  
 $V_1$ ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。  
 计算结果保留到小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

8.2.5 精密度

8.2.5.1 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，在表 12 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 12 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 12 重复性限（ $r$ ）

|               |      |      |      |
|---------------|------|------|------|
| $w_{Cu} / \%$ | 2.12 | 3.33 | 3.84 |
| $r / \%$      | 0.04 | 0.04 | 0.05 |

8.2.5.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 13 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（ $R$ ）按以下表 13 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 13 再现性限（ $R$ ）

|               |      |      |      |
|---------------|------|------|------|
| $w_{Cu} / \%$ | 2.12 | 3.33 | 3.84 |
| $R / \%$      | 0.06 | 0.07 | 0.08 |

8.3 草酰二酰肼分光光度法

8.3.1 方法概述

试料用盐酸溶解，用氨水调节溶液 pH 值约为 9，铜与草酰二酰肼生成紫色络合物，于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得铜的质量，计算得到铜的质量分数。适用于质量分数 0.0020%~0.40%铜含量的测定。  
 本方法不适用于含锆的镁合金。

8.3.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

- 8.3.2.1 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。
- 8.3.2.2 硝酸（1+1）。
- 8.3.2.3 过氧化氢（ $\rho=1.10\text{ g/mL}$ ）。
- 8.3.2.4 氨水（ $\rho=0.90\text{ g/mL}$ ）。
- 8.3.2.5 柠檬酸溶液（500 g/L）。

- 8.3.2.6 草酰二酰肼溶液 (2.5 g/L)：称取 2.5 g 草酰二酰肼 ( $C_2H_6N_4O_2$ ) 溶解于温水中，冷却，以水稀释至 1000 mL。必要时过滤。
- 8.3.2.7 铜标准贮存溶液 (1 mg/mL)：优先使用有证标准溶液。或称取 1.0000 g 电解铜 ( $w_{Cu} \geq 99.9\%$ ) 于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 水及 10 mL 硝酸 (8.3.2.2)，盖上表面皿，加热溶解完全，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。
- 8.3.2.8 铜标准溶液：移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液于 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50  $\mu$ g 铜。
- 8.3.2.9 铜标准溶液：移取 50.00 mL 铜标准溶液 (8.3.2.8) 于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu$ g 铜。用时现配。
- 8.3.2.10 铜标准溶液：移取 50.00 mL 铜标准溶液 (8.3.2.9) 于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2.5  $\mu$ g 铜。用时现配。

8.3.3 试验步骤

8.3.3.1 试料

按表 14 称取样品 (5)，称准至 0.0001 g，记为  $m_0$ 。

表 14 试料量、试液体积和移取试液体积

| 铜的质量分数<br>%  | 试料量 $m_0$<br>g | 试液体积 $V_0$<br>mL | 移取试液体积 $V_1$<br>mL | 移取试液中铜量<br>$\mu$ g |
|--------------|----------------|------------------|--------------------|--------------------|
| 0.002~0.020  | 2.00           | 100              | 10.00              | 4~40               |
| >0.020~0.080 | 1.00           | 200              | 10.00              | 10~40              |
| >0.080~0.20  | 1.00           | 500              | 10.00              | 16~40              |
| >0.20~0.40   | 1.00           | 500              | 5.00               | 20~40              |

8.3.3.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.3.3.4 测定

- 8.3.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，加入约 20 mL 水，加入 20 mL 盐酸 (8.3.2.1)，盖上表皿，微热溶解，滴加 1 mL 过氧化氢，缓慢蒸发至浆状，加入 50 mL 水，加热至盐类溶解完全。
- 8.3.3.4.2 将试液按表 14 移入相应容量瓶 ( $V_0$ ) 中 (必要时用中速滤纸过滤，用热水洗净烧杯和滤纸，洗涤液合并入主液)，冷却至室温，用水稀释到刻度，混匀。
- 8.3.3.4.3 按表 14 移取试液 ( $V_1$ ) 置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 水，加入柠檬酸溶液 (试料量 2 g 时加入 4 mL；试料量 1 g 时加入 2 mL)，混匀。在不断搅拌下，慢慢加入氨水，用酸度计调节溶液 pH 值约为 9，记录消耗的氨水体积 (一般为 5.5 mL~7 mL)，弃去此溶液。
- 8.3.3.4.4 按表 14 移取试液 (与 8.3.3.4.3 相同体积) 置于 50 mL 容量瓶中，加入柠檬酸溶液 (试样量 2 g 时加入 4 mL；试样量 1 g 时加入 2 mL)，混匀。加入氨水 (8.3.3.4.3 中记录的体积)，冷却，加入 10 mL 草酰二酰肼溶液，用水稀释至刻度，混匀，放置 45 min。
- 8.3.3.4.5 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以随同试料的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铜的质量 ( $m_1$ )。

### 8.3.3.5 工作曲线的绘制

8.3.3.5.1 于 250 mL 烧杯中加入 20 mL 盐酸 (8.3.2.1) 和 1 mL 过氧化氢, 蒸发至近干, 加入 50 mL 水, 加热煮沸 5 min, 冷却, 移入 200 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

8.3.3.5.2 移取 10 mL 试液(8.3.3.5.1)于 100 mL 烧杯中, 加入 10.00 mL 铜标准溶液(8.3.2.9)、2 mL 柠檬酸溶液, 混匀, 在不断搅拌下, 慢慢加入氨水 (8.3.2.4), 调节溶液 pH 值约为 9, 记录消耗的氨水体积 (一般为 5.5 mL~7 mL), 弃去此溶液。

8.3.3.5.3 分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液(8.3.2.10)和 6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液 (8.3.2.9) 置于一组 50 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 试液 (8.3.3.5.1), 加入 2 mL 柠檬酸溶液, 混匀, 加入氨水 (8.3.3.5.2 中记录的体积), 冷却, 加入 10 mL 草酰二酰肼溶液, 用水稀释至刻度, 混匀, 放置 45 min。

8.3.3.5.4 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中, 以试剂空白溶液 (未加铜标准溶液者) 为参比, 于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度, 以铜的质量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

### 8.3.4 试验数据处理

铜含量以铜的质量分数  $w_{Cu}$  计, 数值以质量百分数表示, 按公式 (6) 计算:

$$w_{Cu} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得铜的质量, 单位为微克 ( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积, 单位为毫升 (mL);

$m_0$ ——试料的质量, 单位为克 (g);

$V_1$ ——分取试液体积, 单位为毫升 (mL)。

当铜的质量分数  $< 0.10\%$  时, 计算结果保留两位有效数字; 当铜的质量分数  $\geq 0.10\% \sim 1.00\%$  时, 计算结果保留三位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

### 8.3.5 精密度

#### 8.3.5.1 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, 在表 15 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 15 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 15 重复性限 ( $r$ )

|               |        |       |       |       |
|---------------|--------|-------|-------|-------|
| $w_{Cu} / \%$ | 0.0042 | 0.066 | 0.177 | 0.411 |
| $r / \%$      | 0.0004 | 0.004 | 0.014 | 0.020 |

#### 8.3.5.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 在表 16 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 16 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 16 再现性限 ( $R$ )

|               |        |       |       |       |
|---------------|--------|-------|-------|-------|
| $w_{Cu} / \%$ | 0.0042 | 0.066 | 0.177 | 0.411 |
|---------------|--------|-------|-------|-------|

|          |        |       |       |       |
|----------|--------|-------|-------|-------|
| $R / \%$ | 0.0006 | 0.007 | 0.023 | 0.032 |
|----------|--------|-------|-------|-------|

9 镍含量的测定

9.1 方法概述

试料用盐酸和硝酸溶解，以盐酸羟胺、柠檬酸和硫脲为掩蔽剂，用三氯甲烷萃取镍与丁二酮肟生成的络合物，用稀盐酸反萃取，使镍进入水相，用溴水氧化并在氨性溶液中加入丁二酮肟生成络合物，于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得镍的质量，计算得到镍的质量分数。

9.2 试剂或材料

**警示**—三氯甲烷和溴水为剧毒物质，操作时应按照规定要求佩戴防护用品，避免接触皮肤和衣物，操作时应在通风橱中完成。

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

- 9.2.1 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。
- 9.2.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。
- 9.2.3 氨水（ $\rho=0.90\text{ g/mL}$ ）。
- 9.2.4 三氯甲烷。
- 9.2.5 盐酸（1+19）。
- 9.2.6 氨水（1+19）。
- 9.2.7 柠檬酸溶液（300 g/L）。
- 9.2.8 盐酸羟胺溶液（100 g/L）。
- 9.2.9 硫脲溶液（100 g/L）。
- 9.2.10 溴水饱和溶液。
- 9.2.11 丁二酮肟乙醇溶液（10 g/L）。
- 9.2.12 镍标准贮存溶液（1 mg/mL）：优先使用有证标准溶液。或称取 1.0000 g 金属镍（ $w_{Ni} \geq 99.99\%$ ）置于 300 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 10 mL 水和 10 mL 硝酸，加热至溶解完全，加入 10 mL 盐酸（9.2.1），蒸干，加入 10 mL 盐酸（9.2.1），重复蒸干一次，加入 50 mL 水，加热使盐类完全溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。
- 9.2.13 镍标准溶液：移取 8.00 mL 镍标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 80  $\mu\text{g}$  镍。
- 9.2.14 镍标准溶液：移取 5.00 mL 镍标准溶液（9.2.13）于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 4  $\mu\text{g}$  镍。用时配制。
- 9.2.15 溴百里酚蓝溶液（1 g/L）：称取 0.100 g 溴百里酚蓝，溶于 5 mL 无水乙醇中，用水移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

9.3 试验步骤

9.3.1 试料

称取 2.00 g 样品（5），精确至 0.0001 g，记为  $m_0$ 。

9.3.2 平行试验

平行做两份试验。

### 9.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 9.3.4 测定

9.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿。加入 50 mL 水，缓慢加入 7.5 mL 盐酸(9.2.1)和 2 mL 硝酸，待剧烈反应停止后，加热使试料完全溶解。继续煮沸 2 min~3 min，取下，冷却。将试液移入（需要时先过滤）250 mL 烧杯中，控制试液体积约为 40 mL。

9.3.4.2 镍的质量分数大于 0.0030%时，将试液移入 100 mL 容量瓶( $V_0$ )中，以水稀释至刻度，混匀。按表 17 移取试液( $V_1$ )于 250 mL 烧杯中，稀释试液体积约为 40 mL。

表 17 试液体积、移取试液体积

| 镍的质量分数<br>%   | 试液体积 $V_0$<br>mL | 移取试液体积 $V_1$<br>mL |
|---------------|------------------|--------------------|
| >0.0030~0.030 | 100              | 10.00              |
| >0.030~0.050  | 100              | 5.00               |

9.3.4.3 加入 5 mL 盐酸羟胺溶液、20 mL 柠檬酸溶液、10 mL 硫脲溶液和 3~5 滴溴百里酚蓝溶液，用氨水(9.2.3)中和至溶液变为蓝色并过量 0.5 mL，加入 5 mL 丁二酮肟乙醇溶液（如溶液混浊则过滤）。将溶液移入 250 mL 分液漏斗中，冷却。

9.3.4.4 加入 10 mL 三氯甲烷，振荡 1 min，静置分层。将有机相移入第二个 125 mL 分液漏斗中，于水相中加入 1 mL~2 mL 三氯甲烷。不振荡，将有机相合并入第二个分液漏斗中。于水相中再加入 5 mL 三氯甲烷，振荡 30 s，静置分层。将有机相合并入第二个分液漏斗中。于水相中再加入 1 mL~2 mL 三氯甲烷，不振荡，将有机相再合并入第二个分液漏斗中，弃去水相。

9.3.4.5 于盛有有机相的第二个分液漏斗中，加入 20 mL 氨水(9.2.6)，振荡 30 s，静置分层。将有机相移入第三个 125 mL 分液漏斗中。于盛有水相的分液漏斗中加 1 mL~2 mL 三氯甲烷，不振荡，将有机相合并入第三个分液漏斗中。往盛有水相的分液漏斗中加 5 mL 三氯甲烷，振荡 30 s，静置分层，将有机相合并于第三个分液漏斗中，弃去水相。

9.3.4.6 于盛有有机相的第三个分液漏斗中，加入 10 mL 盐酸(9.2.5)，振荡 1 min，静置分层。将有机相移入第四个 125 mL 分液漏斗中。于盛有水相的分液漏斗中加 1 mL~2 mL 三氯甲烷，不振荡，将有机相合并入第四个分液漏斗中。于水相中加入 5 mL 三氯甲烷，振荡 30 s，静置分层，小心弃去有机相。

9.3.4.7 将水相移入 50 mL 容量瓶中，加 1 mL 溴水饱和溶液，静置 15 min，在摇动下缓慢加氨水(9.2.3)至溶液颜色消失并过量 2 mL。加入 2 mL 丁二酮肟乙醇溶液，以水稀释至刻度，混匀。放置 10 min。

9.3.4.8 将部分试液移入 1 cm 比色皿中，以随同试料所做的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度（在 20 min 内测量完毕），从工作曲线上查出相应的镍的质量( $m_1$ )。

### 9.3.5 工作曲线的绘制

9.3.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 镍标准溶液(9.2.14)置于一组 50 mL 容量瓶中，加 20 mL 盐酸(9.2.5)，用水稀释至约 40 mL，以下按 9.3.4.7 步骤进行。

9.3.5.2 将部分标准溶液移入 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液（不加镍标准溶液者）为参比，

于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度（在 20 min 内测量完毕），以镍的质量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

#### 9.4 试验数据处理

镍含量以镍的质量分数  $w_{Ni}$  计，数值以质量百分数表示，按公式（7）计算：

$$w_{Ni} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$m_1$ ——自工作曲线上查得镍的质量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$V_0$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）；

$V_1$ ——移取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

#### 9.5 精密度

##### 9.5.1 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，在表 18 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 18 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 18 重复性限（ $r$ ）

|               |         |        |       |       |
|---------------|---------|--------|-------|-------|
| $w_{Ni} / \%$ | 0.00035 | 0.0024 | 0.028 | 0.099 |
| $R / \%$      | 0.00010 | 0.0003 | 0.003 | 0.007 |

##### 9.5.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 19 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 19 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 19 再现性限（ $R$ ）

|               |         |        |       |       |
|---------------|---------|--------|-------|-------|
| $w_{Ni} / \%$ | 0.00035 | 0.0024 | 0.028 | 0.099 |
| $R / \%$      | 0.00015 | 0.0004 | 0.005 | 0.011 |

### 10 钛含量的测定

#### 10.1 方法概述

试料用盐酸和过氧化氢分解，在抗坏血酸存在下，在 0.5 mol/L~2 mol/L 盐酸介质中，钛（IV）与二安替比啉甲烷生成黄色络合物，于分光光度计波长 390 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得钛的质量，计算得到钛的质量分数。

#### 10.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

10.2.1 过氧化氢 ( $\rho$  1.10 g/mL)。

10.2.2 盐酸 (1+1)。

10.2.3 硫酸 (1+1)。

10.2.4 抗坏血酸溶液 (50 g/L)。

10.2.5 二安替比啉甲烷溶液 (50 g/L)，2 mol/L 的盐酸溶液，用时现配。

10.2.6 硫酸铜溶液 (50 g/L)。

10.2.7 钛标准贮存溶液：优先使用有证标准溶液。或称取 0.5000 g 金属钛 ( $w_T \geq 99.9\%$ ) 于 500 mL 烧杯中，加入 125 mL 硫酸 (10.2.3)，加热使钛溶解完全，加数滴硝酸 ( $\rho = 1.42$  g/mL)，煮沸，冷却，小心以水稀释至适当体积，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 钛。

10.2.8 钛标准溶液：移取 10.00 mL 钛标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 0.01 mg 钛，用时现配。

### 10.3 试验步骤

#### 10.3.1 试料

称取 1.00 g 样品 (5)，精确至 0.0001 g，记为  $m_0$ 。

#### 10.3.2 平行试验

平行做两份试验。

#### 10.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 10.3.4 测定

10.3.4.1 将试料置于 300 mL 烧杯中，分次加入 20 mL 盐酸 (10.2.2)，盖上表面皿，待剧烈反应后，滴加 6~10 滴过氧化氢，低温煮沸 15 min，用水洗表皿及杯壁，冷却，移入 100 mL 容量瓶 ( $V_0$ ) 中。

10.3.4.2 加入 15 mL 盐酸 (10.2.2)，混匀，加入 5 mL 抗坏血酸溶液，加入 2 滴硫酸铜溶液，放置 5 min，加入 10 mL 二安替比啉甲烷溶液，用水稀释至刻度，混匀，放置 30 min。

10.3.4.3 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以随同试料所做的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 390 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的钛的质量。

#### 10.3.5 工作曲线的绘制

10.3.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 钛标准溶液置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 15 mL 盐酸 (10.2.2)，以下按 10.3.4.2 步骤进行。根据钛含量范围，选取不少于 5 个点绘制工作曲线。

10.3.5.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液 (不加钛标准溶液者) 为参比，于分光光度计波长 390 nm 处测量其吸光度，以钛的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

### 10.4 试验数据处理

钛含量以钛的质量分数  $w_T$  计，数值以质量百分数表示，按公式 (8) 计算：

$$w_{Ti} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$m_1$ ——自工作曲线上查得钛的质量，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

10.5 精密度

10.5.1 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，在表 20 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 20 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 20 重复性限（ $r$ ）

|             |         |        |       |       |
|-------------|---------|--------|-------|-------|
| $w_{Ti}/\%$ | 0.00075 | 0.0046 | 0.014 | 0.020 |
| $r/\%$      | 0.00017 | 0.0003 | 0.002 | 0.003 |

10.5.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 21 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 21 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 21 再现性限（ $R$ ）

|             |         |        |       |       |
|-------------|---------|--------|-------|-------|
| $w_{Ti}/\%$ | 0.00075 | 0.0046 | 0.014 | 0.020 |
| $R/\%$      | 0.00027 | 0.0004 | 0.003 | 0.004 |

11 试验报告

- 试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
- 试验对象；
  - 本文件编号；
  - 使用的方法（如果文件中包括几个方法）；
  - 分析结果及其表示；
  - 与基本分析步骤的差异；
  - 观察到的异常现象；
  - 试验日期。