



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.4-20XX
代替GB/T 13748.4-2013、GB/T 13748.7-2013

镁及镁合金化学分析方法 第4部分：锰、锆含量的测定 分光光度法

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys —
Part4:Determination of manganese, zirconium content —
Spectrophotometric method

(送审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××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4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 依来铬氰蓝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：钪含量的测定；
- 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 13748.4-2013《镁及镁合金化学分析方法 第4部分：锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法》、GB/T 13748.7-2013《镁及镁合金化学分析方法 第7部分：锆含量的测定》，与GB/T 13748.4-2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了锆元素含量测定（见第1章，GB/T 13748.4-2013的第1章）；
- b) 更改了锰元素测定范围（见第1章，GB/T 13748.4-2013的第1章）；
- c) 更改了“空白试验”（见5.1.4.3、5.2.4.3，GB/T 13748.4-2013的3.4.3、4.4.3）；
- d) 更改了“试料量”（见5.1.4.1、5.2.4.1、5.3.4.1，GB/T 13748.4-2013的3.4.1、4.4.1、5.4.1）；
- e) 更改了“工作曲线的绘制”（见5.2.4.5、5.3.4.5，GB/T 13748.4-2013的4.4.5、5.4.5）；

f) 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5.1.5、5.2.5、5.3.5，GB/T 13748.4-2013的3.5、4.5、5.5）；

g) 更改了“重复性”（见5.1.6.1、5.2.6.1、5.3.6.1，GB/T 13748.4-2013的3.6.1、4.6.1、5.6.1）；

h) 更改了“允许差”为“再现性”，用“再现性限”代替“允许差”（见5.1.6.2、5.2.6.2、5.3.6.2，GB/T 13748.4-2013的3.6.2、4.6.2、5.6.2）；

j) 增加了“铅含量的测定”（见第6章）。

i) 更改了“试验报告”（见第7章，GB/T 13748.4-2013的第6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。

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：

——1992年首次发布为GB/T 13748.2-1992，2005年第一次修订，2013年第二次修订；

——本次为第三次修订，本次修订并入了GB/T 13748.7-2013。

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、锆含量的测定 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：钪含量的测定；
- 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 13748.4给出了镁及镁合金中锰、锆含量的测定，修订中对高碘酸盐分光光度法重新进行了验证，同时增加了锆含量的测定，对二甲酚橙分光光度法等测定锆含量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4部分：锰、锆含量的测定

分光光度法

1 范围

本文件描述了镁及镁合金中锰含量和锆含量的测定方法。

本文件适用于镁及镁合金中锰含量和锆含量测定。

锰含量测定：方法一适用于镁合金(含 Zr、RE、Th、Ag)中锰含量的测定，测定范围：0.010%～2.70%；方法二适用于镁及镁合金(不含 Zr、RE、Th、Ag)中锰含量的测定，测定范围：0.010%～2.70%；方法三适用于原生镁锭中锰含量的测定，测定范围：0.0005%～0.050%。

锆含量测定：方法一适用于镁合金中锆含量的测定，测定范围：0.10%～1.00%；方法二适用于镁合金中酸不溶性锆含量的测定，测定范围：0.020%～0.30%；方法三适用于镁合金中酸溶性锆含量的测定，测定范围：0.10%～1.00%。

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

分光光度计。

5 样品

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 锰含量的测定

6.1 方法一：高碘酸盐分光光度法（含 Zr、RE、Th、Ag）

6.1.1 方法概述

试料以硫酸溶解，在氟硼酸及硝酸存在下，用高碘酸钾将锰（II）氧化至锰（VII），于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得锰的质量，计算得到锰的质量分数。

6.1.2 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。

- 6.1.2.1 高碘酸钾。
- 6.1.2.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。
- 6.1.2.3 硫酸（1+3）。
- 6.1.2.4 氟硼酸溶液（1+99）：移取 10 mL 氟硼酸（40%），用水稀释至 1000 mL，混匀。
- 6.1.2.5 去还原剂水：量取 1 L 水，加入 10 mL 硫酸（6.1.2.3）和少许高碘酸钾，煮沸约 10 min，冷却后备用。
- 6.1.2.6 亚硝酸钠溶液（20 g/L），用时现配。
- 6.1.2.7 锰标准贮存溶液（1 mg/mL）：优先使用有证标准溶液或按下述方法之一制备。
 - 称取 1.0000 g 电解锰（ $w_{\text{Mn}}\geq 99.9\%$ ，预先用硫酸洗涤除去表面氧化物，再用水和无水乙醇清洗，烘干冷却）置于 400 mL 烧杯中，加入 40 mL 硫酸（6.1.2.3），加热溶解，加约 80 mL 水，煮沸数分钟，冷却至室温，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 锰。
 - 称取 2.8770 g 高锰酸钾（基准试剂）置于 400 mL 烧杯中，用约 200 mL 水溶解，加入 40 mL 硫酸（6.1.2.3）、适量亚硫酸钠或过氧化氢，煮沸，冷却至室温，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 锰。
- 6.1.2.8 锰标准溶液（100 $\mu\text{g/mL}$ ）：移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锰。

6.1.3 试验步骤

6.1.3.1 试料

按表 1 称取样品（5），精确至 0.0001 g，记为 m_0 。

表 1 试料量、硫酸用量

锰的质量分数 %	试料量 m_0 g	加入硫酸（6.1.2.3）体积 mL
0.010~0.050	1.00	25
>0.050~0.50	0.20	15
>0.50~2.70	0.50	10

6.1.3.2 平行试验

平行做两份试验。

6.1.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.1.3.4 测定

- 6.1.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，按表 1 缓慢加入硫酸（6.1.2.3），待试料溶解完全后，加入 20 mL 硝酸（6.1.2.2）、5 mL 氟硼酸，以水稀释至约 60 mL。
 - 当锰的质量分数大于 0.50%时，将试液移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

移取 10.00 mL 试液于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 硫酸（6.1.2.3）、20 mL 硝酸（6.1.2.2）、5 mL 氟硼酸，以水稀释至约 60 mL。

6.1.3.4.2 将试液煮沸 1 min~2 min，稍冷，加入 0.5 g 高碘酸钾，继续煮沸 3 min，在近沸下保温 10 min，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用去还原剂水稀释至刻度，混匀。

6.1.3.4.3 移取部分试液于 1 cm 比色皿中，向剩余试液中滴加亚硝酸钠溶液，摇动至紫色刚好褪去，移取其部分溶液于另一个 1 cm 比色皿中作为参比，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

6.1.3.4.4 将测得试液的吸光度减去随同试料空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的锰的质量（ m_1 ）。

6.1.3.5 工作曲线的绘制

6.1.3.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、9.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 锰标准溶液置于一组 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 硫酸（6.1.2.3）、20 mL 硝酸（6.1.2.2）、5 mL 氟硼酸，以下按 6.1.3.4.2~6.1.3.4.3 步骤进行。

6.1.3.5.2 将测得系列标准溶液的吸光度减去试剂空白溶液（不加锰标准溶液者）的吸光度，以锰的质量为横坐标，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。

6.1.4 试验数据处理

锰含量以锰的质量分数 w_{Mn} 计，数值以质量百分数表示，按公式（1）计算：

$$w_{Mn} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得锰的质量，单位为微克（ μg ）；

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）。

当锰的质量分数 $< 0.10\%$ 时，计算结果保留两位有效数字；当锰的质量分数 $\geq 0.10\% \sim 1.00\%$ 时，计算结果保留三位有效数字；当锰的质量分数 $> 1.00\%$ 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。

6.1.5 精密度

6.1.5.1 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 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 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限（ r ）

$w_{Mn} / \%$	0.015	0.168	0.625	1.54
$r / \%$	0.002	0.011	0.029	0.17

6.1.5.2 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 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)

$w_{Mn} / \%$	0.015	0.168	0.625	1.54
$R / \%$	0.003	0.017	0.044	0.20

6.2 方法二：高碘酸盐分光光度法（不含 Zr、RE、Th、Ag）

6.2.1 方法概述

试料以硫酸溶解，硝酸氧化，在磷酸存在下，用高碘酸钾将锰（II）氧化到锰（VII），于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得锰的质量，计算得到锰的质量分数。

6.2.2 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。

6.2.2.1 高碘酸钾。

6.2.2.2 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。

6.2.2.3 磷酸（ $\rho=1.71$ g/mL）。

6.2.2.4 氢氟酸（ $\rho=1.14$ g/mL）。

6.2.2.5 硫酸（1+3）。

6.2.2.6 亚硝酸钠溶液（20 g/L），用时现配。

6.2.2.7 去还原剂水：量取 1 L 水，加入 10 mL 硫酸（6.2.2.5）和少许高碘酸钾，煮沸约 10 min，冷却后备用。

6.2.2.8 锰标准贮存溶液（1 mg/mL）：优先使用有证标准溶液或按下述方法之一制备。

——称取 1.0000 g 电解锰（ $w_{Mn} \geq 99.9\%$ ，预先用硫酸洗涤除去表面氧化物，再用水和无水乙醇清洗，烘干冷却）置于 400 mL 烧杯中，加入 40 mL 硫酸（6.2.2.5），加热溶解，加入约 80 mL 水，煮沸数分钟，冷却至室温，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 锰。

——称取 2.8770 g 高锰酸钾（基准试剂）置于 400 mL 烧杯中，用约 200 mL 水溶解。加入 40 mL 硫酸（6.2.2.5）、适量亚硫酸钠或过氧化氢（ $\rho=1.10$ g/mL），煮沸，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 锰。

6.2.2.9 锰标准溶液（100 μ g/mL）：移取 10.00 mL 锰标准储存溶液于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锰。

6.2.3 试验步骤

6.2.3.1 试料

按表 4 称取样品（4），精确至 0.0001 g，记为 m_0 。

表 4 试料量、硫酸和硝酸用量

锰的质量分数 %	试料量 m_0 g	加入硫酸（6.2.2.5）体积 mL	加入硝酸（6.2.2.2）体积 mL
0.010~0.050	1.00	25	25
>0.050~0.50	0.20	15	20

>0.50~2.70	0.50	10	15
------------	------	----	----

6.2.3.2 平行试验

平行做两份试验。

6.2.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.2.3.4 测定

6.2.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 10 mL 水，按表 4 缓慢加入硫酸（6.2.2.5），待反应完全后，按表 4 加入硝酸（6.2.2.2）和 2~3 滴氢氟酸，煮沸数分钟，取下，冷却。

锰的质量分数大于 0.50% 时，将试液移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移取 10.00 mL 试液于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 硫酸（6.2.2.5）、20 mL 硝酸（6.2.2.2）。

6.2.3.4.2 用水稀释至约 60 mL，加入 5 mL 磷酸（6.2.2.3），加热煮沸，加入 0.5 g 高碘酸钾，煮沸 3 min，在近沸下保温 10 min，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用去还原剂水稀释至刻度，混匀。

6.2.3.4.3 移取部分溶液于 1 cm 比色皿中，向剩余试液中滴加亚硝酸钠溶液，摇动至紫色刚好褪去，移取其部分溶液于另一个 1 cm 比色皿中作为参比，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

6.2.3.4.4 将所测得试液的吸光度减去随同试料空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的锰的质量（ m_1 ）。

6.2.3.5 工作曲线的绘制

6.2.3.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、9.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 锰标准溶液置于一组 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 硫酸（6.2.2.5）、20 mL 硝酸（6.2.2.2），以下按 6.2.3.4.2 和 6.2.3.4.3 进行。

6.2.3.5.2 将测得系列标准溶液的吸光度减去试剂空白溶液（不加锰标准溶液者）的吸光度，以锰的质量为横坐标，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。

6.2.4 试验数据处理

锰含量以锰的质量分数 w_{Mn} 计，数值以质量百分数表示，按公式（2）计算：

$$w_{Mn} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得锰的质量，单位为微克（ μg ）；

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）。

当锰的质量分数 $< 0.10\%$ 时，计算结果保留两位有效数字；当锰的质量分数 $\geq 0.10\% \sim 1.00\%$ 时，计算结果保留三位有效数字；当锰的质量分数 $> 1.00\%$ 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。

6.2.5 精密度

6.2.5.1 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 5 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 ）按以下表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5 重复性限（ r ）

$w_m / \%$	0.013	0.356	0.617	1.54
$r / \%$	0.002	0.014	0.029	0.14

6.2.5.2 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 6 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 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 6 再现性限（ R ）

$w_m / \%$	0.013	0.356	0.617	1.54
$R / \%$	0.003	0.022	0.044	0.16

6.3 方法三：高碘酸盐分光光度法（原生镁锭）

6.3.1 方法概述

试料以硫酸溶解，硝酸氧化，在磷酸存在下，用高碘酸钾将锰（II）氧化至锰（VII），于分光光度计波长 525 nm 处，测量其吸光度，根据工作曲线查得锰的质量，计算得到锰的质量分数。

6.3.2 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。

6.3.2.1 硝酸（ $\rho=1.40\text{ g/L}$ ）。

6.3.2.2 磷酸（ $\rho=1.71\text{ g/L}$ ）。

6.3.2.3 硫酸（1+3）。

6.3.2.4 高碘酸钾溶液（50 g/L）：称取 25 g 高碘酸钾于 500 mL 烧杯中，加入 400 mL 水，加热溶解后，加入 100 mL 硝酸（6.3.2.1），混匀。

5.3.2.5 亚硝酸钠溶液（5 g/L），用时现配。

6.3.2.6 去还原剂水：量取 1 L 水，加入 10 mL 硫酸（6.3.2.3）和少许高碘酸钾，煮沸 10 min，冷却后备用。

6.3.2.7 锰标准贮存溶液（1 mg/mL）：优先使用有证标准溶液或按下述方法之一制备。

——称取 1.0000 g 电解锰（ $w_m\geq 99.9\%$ ，预先用硫酸洗涤除去表面氧化物，再用水和无水乙醇清洗，烘干冷却）置于 400 mL 烧杯中，加入 40 mL 硫酸（6.3.2.3），加热溶解，加入约 80 mL 水，煮沸数分钟，冷却至室温，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 锰。

——称取 2.8770 g 高锰酸钾（基准试剂）置于 400 mL 烧杯中，用约 200 mL 水溶解。加入 40 mL 硫酸（6.3.2.3）、适量亚硫酸钠或过氧化氢（ $\rho=1.10\text{ g/mL}$ ），煮沸，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 锰。

6.3.2.8 锰标准溶液（20 μg/mL）：移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 锰。

6.3.3 试验步骤

6.3.3.1 试料

按表 7 称取样品（4），精确至 0.0001 g，记为 m_0 。

表 7 试料量、硫酸和硝酸用量

锰的质量分数 %	试料量 m_0 g	加入硫酸（6.3.2.3）体积 mL	加入硝酸（6.3.2.1）体积 mL
0.0005~0.0050	2.00	30	5
>0.0050~0.050	0.20	25	5

6.3.3.2 平行试验

平行做两份试验。

6.3.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3.3.4 测定

6.3.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，按表 7 分别加入硫酸（6.3.2.3）、硝酸（6.3.2.1），待试料溶解完全后，以少量水洗杯壁，加入 1 mL 磷酸（6.3.2.2），混匀，加水使体积约 50 mL。

6.3.3.4.2 将试液加热至沸，取下，加入 10 mL 高碘酸钾溶液，继续加热至沸，待溶液显紫红色后低温煮沸 20 min（其间不断补充去还原剂水，使溶液体积保持约 40 mL），保温 10 min，取下冷却，移入 50 mL 容量瓶中，用去还原剂水稀释至刻度，混匀。

6.3.3.4.3 移取部分试液于 5 cm 比色皿中，向剩余试液中滴加亚硝酸钠溶液，摇动至紫色刚好褪去，移取其部分溶液于另一个 5 cm 比色皿中作为参比，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

6.3.3.4.4 将所测得试液的吸光度减去试剂空白试验溶液的吸光度后，从工作曲线上查的相应的锰的质量（ m_1 ）。

6.3.3.5 工作曲线的绘制

6.3.3.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锰标准溶液于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硫酸（6.3.2.3），加入 5 mL 硝酸（6.3.2.1），加入 1 mL 磷酸（6.3.2.2），混匀，加水使体积约 50 mL。以下按 6.3.3.4.2~6.3.3.4.3 进行。

6.3.3.5.2 将测得系列标准溶液的吸光度减去试剂空白溶液（未加锰标准溶液者）的吸光度，以锰的质量为横坐标，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。

6.3.4 试验数据处理

锰含量以锰的质量分数 w_{Mn} 计，数值以质量百分数表示，按公式（3）计算：

$$w_{Mn} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得锰的质量，单位为微克（ μg ）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（ g ）。

当锰的质量分数 $<0.10\%$ 时，计算结果保留两位有效数字；当锰的质量分数 $\geq 0.10\%$ 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。

6.3.5 精密度

6.3.5.1 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 8 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 8 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 8 重复性限（ r ）

$w_{Mn} / \%$	0.0036	0.0083	0.012	0.050
$r / \%$	0.0004	0.0006	0.002	0.003

6.3.5.2 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 9 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 9 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 9 再现性限（ R ）

$w_{Mn} / \%$	0.0036	0.0083	0.012	0.050
$R / \%$	0.0006	0.0009	0.003	0.005

7 锆含量的测定

7.1 方法一：二甲苯酚橙分光光度法

7.1.1 方法概述

试料用盐酸和氢氟酸分解，加入高氯酸除去氟离子。以高氯酸调整酸度，加入二甲苯酚橙与锆生成红色络合物，于分光光度计波长 535 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得锆的质量，计算得到锆的质量分数。

镁合金中稀土、钍、银不干扰测定，铪与质量分数 $<1\%$ 的锆共存而干扰测定。

7.1.2 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。

7.1.2.1 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。

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

7.1.2.3 高氯酸（ $\rho=1.69\text{ g/mL}$ ）。

7.1.2.4 高氯酸[$c(\text{HClO}_4)=6.5\text{ mol/L}$]：移取 275 mL 高氯酸（7.1.2.3），以水稀释至 500 mL，混匀（需要时标定）。

7.1.2.5 盐酸（1+1）。

7.1.2.6 二甲苯酚橙溶液（1 g/L），贮存于棕色瓶中，必要时过滤。

7.1.2.7 苦杏仁酸溶液（150 g/L），必要时过滤。

7.1.2.8 洗涤液：量取 1000 mL 水，加入 20 mL 盐酸（7.1.2.1），加入 50 g 苦杏仁酸，加热溶解完全。必要时过滤。

7.1.2.9 锆标准贮存溶液（1 mg/mL）：优先使用有证标准溶液。或按下述方法制备和标定。

——制备：称取 1.7664 g 氯氧化锆（ $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ，优级纯或提纯品）于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水及 166 mL 盐酸（7.1.2.5）溶解完全，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

——标定：移取 100.00 mL 锆标准贮存溶液于 300 mL 烧杯中，加入约 40 mL 水和 60 mL 盐酸（7.1.2.5），煮沸，加入 50 mL 苦杏仁酸溶液，在 80 °C 下保温 30 min，冷却，用中速滤纸过滤，用洗涤液洗涤沉淀和滤纸 6 次~8 次，将滤纸置于已恒重的铂坩埚（ m_0 ）中，烘干、灰化，在 950 °C~1000 °C 灼烧 2 h~3 h，取出，置于干燥器中冷却 30 min，称量。重复灼烧至恒重（ m_1 ）。按公式（4）计算锆的质量浓度（mg/mL）：

$$\rho_{\text{Zr}} = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.7403}{V} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ_{Zr} ——锆的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

m_1 ——灼烧后铂坩埚加沉淀的质量，单位为毫克（mg）；

V ——移取的锆标准贮存溶液体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——预先恒重的铂坩埚质量，单位为毫克（mg）；

0.7403——二氧化锆换算为锆的系数。

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。

7.1.2.10 锆标准溶液（40 μg/mL）：根据标定结果，移取适量锆标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，加入 160 mL 盐酸（7.1.2.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 40 μg 锆。用时现配。

7.1.3 试验步骤

7.1.3.1 试料

按表 10 称取样品（4），精确至 0.0001 g，记为 m_2 。

表 10 试料量

锆的质量分数 %	试料量 m_2 g
0.10~0.50	0.50
>0.50~1.00	0.25

7.1.3.2 平行测定

平行做两份试验。

7.1.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.1.3.4 测定

7.1.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，缓慢加入 10 mL 盐酸（7.1.2.5），加入 1 滴氢氟酸，加热至试料完全溶解，加入 20 mL 高氯酸（7.1.2.3），加热蒸发至冒白色浓烟 3 min，取下冷却。加入约 50 mL 水使盐类完全溶解，冷却，移入 100 mL 容量瓶（ V_0 ）中，

以水稀释至刻度，混匀。

7.1.3.4.2 移取 5.00 mL 试液（ V_1 ）于 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 高氯酸（7.1.2.4），混匀，加入 5.0 mL 二甲苯酚橙溶液，以水稀释至刻度，混匀。

7.1.3.4.3 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 535 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应锆的质量（ m_3 ）。

7.1.3.5 工作曲线的绘制

7.1.3.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 锆标准溶液置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 高氯酸（7.1.2.4），混匀，加入 5.0 mL 二甲苯酚橙溶液，以水稀释至刻度，混匀。

7.1.3.5.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液（未加锆标准溶液者）为参比，于分光光度计波长 535 nm 处测量其吸光度。以锆的质量为横坐标，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。

7.1.4 试验数据处理

锆含量以锆的质量分数 w_{Zr} 计，数值以质量百分数表示，按公式（5）计算：

$$w_{Zr} = \frac{m_3 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_2 \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_3 ——自工作曲线上查得锆的质量，单位为微克（ μg ）；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m_2 ——试料的质量，单位为克（g）；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留三位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

7.1.5 精密度

7.1.5.1 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 11 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 11 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 11 重复性限（ r ）

$w_{Zr} / \%$	0.430	0.543	0.882
$r / \%$	0.023	0.025	0.028

7.1.5.2 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 12 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 12 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 12 再现性限（ R ）

$w_{Zr} / \%$	0.430	0.543	0.882
$R / \%$	0.035	0.038	0.041

7.2 方法二：茜素磺酸盐分光光度法（酸不溶性锆）

7.2.1 方法概述

试料用盐酸溶解，过滤，用含有氢氟酸的高氯酸溶解酸不溶性锆。在 1.5 mol/L 盐酸中加热，锆与茜素磺酸盐生成络合物，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得锆的质量，计算得到酸不溶性锆的质量分数。

镁合金中稀土、钍、银不干扰测定，铅与质量分数 <1% 的锆共存而干扰测定。

7.2.2 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。

7.2.2.1 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）。

7.2.2.2 氢氟酸（ $\rho=1.14$ g/mL）。

7.2.2.3 高氯酸（ $\rho=1.69$ g/mL）。

7.2.2.4 茜素磺酸钠溶液（1.5 g/L）：称取 1.5 g 茜素磺酸钠（ $C_{14}H_7NaO_7S$ ）溶解于 300 mL 温水中，过滤，冷却，用水稀释至 1000 mL，混匀。

7.2.2.5 氯化镁溶液（420 g/L）：称取 42 g 氯化镁（ $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ）溶解于水中，用水稀释至 100 mL，混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 镁。

7.2.2.6 锆标准贮存溶液（1 mg/mL）：优先使用有证标准溶液。或按以下方式配制和标定。

——制备：称取 1.7664 g 氯氧化锆（ $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ，优级纯或提纯品）于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水及 166 mL 盐酸（1+1）溶解，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

——标定：移取 100.00 mL（ V ）锆标准溶液于 300 mL 烧杯中，加入约 40 mL 水和 60 mL 盐酸（1+1），煮沸，加入 50 mL 苦杏仁酸溶液（150 g/L），在 80 °C 下保温 30 min，冷却，用中速滤纸过滤，用每升含有 20 mL 盐酸（7.2.2.1）和 50 g 苦杏仁酸的溶液洗净烧杯，将沉淀全部转移到滤纸上，洗涤沉淀 7~8 次，将滤纸置于已恒重的铂坩埚（ m_0 ）中，烘干、灰化，在 950 °C~1000 °C 灼烧 2 h~3 h，取出，置于干燥器中冷却 30 min，称量。重复灼烧至恒重（ m_1 ）。按公式（6）计算锆的质量浓度（mg/mL）：

$$\rho_{Zr} = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.7403}{V} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ρ_{Zr} ——锆的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

m_1 ——灼烧后铂坩埚加沉淀的质量，单位为毫克（mg）；

V ——移取的锆标准贮存溶液体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——预先恒重的铂坩埚质量，单位为毫克（mg）；

0.7403——二氧化锆换算为锆的系数。

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。

7.2.2.7 锆标准溶液（100 μ g/mL）：根据标定结果移取适量锆标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，加入 80 mL 盐酸（7.2.2.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锆。用时现配。

7.2.3 试验步骤

7.2.3.1 试料

按表 13 称取样品（4），精确至 0.0001 g，记为 m_b 。

表 13 试料量、水和盐酸用量

酸不溶性铅的质量分数 %	试料量 m_2 g	加入水体积 mL	加入盐酸体积 mL
0.020~0.15	6.00	120	60
>0.15~0.30	4.00	80	40

7.2.3.2 平行试验

平行做两份试验。

7.2.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.2.3.4 测定

7.2.3.4.1 将试料置于 600 mL 烧杯中，盖上表面皿，按表 13 分次加入水和盐酸。待反应停止后，缓慢加热至试料完全溶解，加热至沸并继续煮沸 5 min。用中速滤纸过滤，用热水仔细洗涤残渣。

7.2.3.4.2 将残渣和滤纸移入 100 mL 铂皿中，烘干，在 700 ℃灰化，冷却，加入 5 mL 水、1 mL 氢氟酸、2 mL 高氯酸，加热蒸发至溶液近干，用少量水洗涤皿壁，再加入 2 mL 高氯酸，蒸发至溶液近干。加入少量水，加热溶解完全，冷却。

7.2.3.4.3 分别按下述方式处理：

——镁合金中不含银：将试液移入 100 mL 容量瓶（ V_0 ），用水洗净铂皿，以水稀释至刻度，混匀。

——镁合金中含银：将试液移入 250 mL 烧杯中，用水洗净铂皿，加入 15 mL 盐酸，煮沸数分钟，加入 50 mL 水，煮沸，冷却至室温。用含有少量纤维浆的慢速滤纸过滤，用水洗净沉淀和滤纸，将滤液和洗涤液收集于 100 mL 容量瓶（ V_0 ），以水稀释至刻度，混匀。

7.2.3.4.4 按表 14 移取试液（ V_1 ）置于 100 mL 干燥锥形瓶中，补水使体积为 10.0 mL。按表 14 加入盐酸、10.0 mL 茜素磺酸钠溶液，将锥形瓶置于沸水浴中，保持 3 min，取下，立即冷却至室温，加入 2.0 mL 盐酸，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

表 14 移取试液体积、盐酸用量

酸不溶性铅的质量分数 %	移取试液体积 V_1 mL	加入盐酸体积/mL	
		不含银的镁合金	含银的镁合金
0.020~0.15	10.00	2.50	1.00
>0.10~0.30	5.00	2.50	1.75

7.2.3.4.5 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，在 1 h 内，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铅的质量（ m_3 ）。

7.2.3.5 工作曲线的绘制

7.2.3.5.1 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 铅标准溶液置于一组 100 mL 干燥锥形瓶中，分别加入 2 mL 氯化镁溶液，加水使溶液体积为 10.0 mL，加入 2.5 mL 盐酸和 10.0 mL 茜素磺酸钠溶液，将锥形瓶置于沸水浴中，保持 3 min，取下，立即冷却至室温，加入 2.0 mL 盐酸，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.2.3.5.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液（未加铅标准溶液者）为参比，在 1 h 内，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。以铅的质量为横坐标，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。

7.2.4 试验数据处理

酸不溶性锆含量以锆的质量分数 w_{Zr} 计，数值以质量百分数表示，按公式（7）计算：

$$w_{Zr} = \frac{m_3 \cdot V_0 \times 10^{-3}}{m_2 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- m_3 ——自工作曲线上查得锆的质量，单位为毫克（mg）；
- V_0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；
- m_2 ——试料的质量，单位为克（g）；
- V_1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

当酸不溶锆质量分数 < 0.10% 时，计算结果保留两位有效数字；当酸不溶锆质量分数 ≥ 0.10%~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。

7.2.5 精密度

7.2.5.1 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 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 ）

$w_{Zr} / \%$	0.025	0.250
$r / \%$	0.004	0.011

7.2.5.2 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 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 ）

$w_{Zr} / \%$	0.025	0.250
$R / \%$	0.006	0.017

7.3 方法三：茜素磺酸盐分光光度法（酸溶性锆）

7.3.1 方法概述

试料用盐酸溶解，过滤，在 1.5 mol/L 盐酸中加热，锆与茜素磺酸盐生成络合物，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得锆的质量，计算得到酸溶性锆的质量分数。

本方法不适用于含铅、铋的镁合金；含有铅、铋时应按附录 A 操作。镁合金中稀土、钍、银不干扰测定，铈与质量分数 < 1% 的锆共存而干扰测定。

7.3.2 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。

7.3.2.1 盐酸 ($\rho=1.19$ g/mL)。

7.3.2.2 茜素磺酸钠溶液 (1.5 g/L)：称取 1.5 g 茜素磺酸钠 ($C_{14}H_7NaO_7S$) 溶解于 300 mL 温水中，过滤，冷却，用水稀释至 1000 mL，混匀。

7.3.2.3 氯化镁溶液 (420 g/L)：称取 42 g 氯化镁 ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) 溶解于水中，用水稀释至 100 mL，混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 镁。

7.3.2.4 锆标准贮存溶液 (1 mg/mL)：优先使用有证标准溶液。或按以下方式配制和标定。

——制备：称取 1.7664 g 氯氧化锆 ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ，优级纯或提纯品) 于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水及 166 mL 盐酸 (1+1) 溶解，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

——标定：移取 100.00 mL (V) 锆标准溶液于 300 mL 烧杯中，加入约 40 mL 水和 60 mL 盐酸 (1+1)，煮沸，加入 50 mL 苦杏仁酸溶液 (150 g/L)，在 80 °C 下保温 30 min，冷却，用中速滤纸过滤，用每升含有 20 mL 盐酸和 50 g 苦杏仁酸的溶液洗净烧杯，将沉淀全部转移到滤纸上，洗涤沉淀 7~8 次，将滤纸置于已恒重的铂坩埚 (m_0) 中，烘干、灰化，在 950 °C~1000 °C 灼烧 2 h~3 h，取出，置于干燥器中冷却 30 min，称量。重复灼烧至恒重 (m_1)。按公式 (8) 计算锆的质量浓度 (mg/mL)：

$$\rho_{Zr} = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.7403}{V} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ρ_{Zr} ——锆的质量浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

m_1 ——灼烧后铂坩埚加沉淀的质量，单位为毫克 (mg)；

V ——移取的锆标准贮存溶液体积，单位为毫升 (mL)；

m_0 ——预先恒重的铂坩埚重量，单位为毫克 (mg)；

0.7403——二氧化锆换算为锆的系数。

计算结果保留四位有效数字。数值修约按照 GB/T 8170 的规定执行。

7.3.2.5 锆标准溶液 (100 μ g/mL)：根据标定结果移取适量锆标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，加入 80 mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锆。用时现配。

7.3.3 试验步骤

7.3.3.1 试料

按表 17 称取样品 (4)，精确至 0.0001g，记为 m_2 。

表 17 试料量、水和盐酸用量

酸溶性锆的质量分数 %	试料量 m_2 g	加入水体积 mL	加入盐酸体积 mL
0.10~0.30	6.00	120	60
>0.30~1.00	4.00	80	40

7.3.3.2 平行测定

平行做两份试验。

7.3.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3.3.4 测定

7.3.3.4.1 将试料置于 600 mL 烧杯中，盖上表面皿，按表 17 分次加入水和盐酸，待反应停止后，缓慢加热至试料完全溶解，加热至沸并继续煮沸 5 min，用中速滤纸过滤，以热水洗涤，收集滤液和洗涤液于 500 mL 容量瓶（ V_0 ）中，冷却，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.3.4.2 移取 10.00 mL（ V_1 ）试液于 100 mL 锥形瓶中，加入 2.5 mL 盐酸和 10.0 mL 茜素磺酸钠溶液，将锥形瓶置于沸水浴中保持 3 min，取下，立即冷却至室温，加入 2.0 mL 盐酸，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.3.4.3 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，在 1 h 内，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查得相应的铅的质量（ m_3 ）。

7.3.3.5 工作曲线的绘制

7.3.3.5.1 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 铅标准溶液置于一组 100 mL 锥形瓶中，分别加入 2 mL 氯化镁溶液，加水使溶液体积为 10.0 mL，加入 2.5 mL 盐酸和 10.0 mL 茜素磺酸钠溶液，将锥形瓶置于沸水浴中保持 3 min，取下，立即冷却至室温，加入 2.0 mL 盐酸，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.3.5.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以试剂空白溶液（未加铅标准溶液者）为参比，在 1 h 内，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。以铅的质量为横坐标，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。

7.3.4 试验数据处理

酸溶性铅含量以铅的质量分数 w_{Zr} 计，数值以质量百分数表示，按公式（9）计算：

$$w_{Zr} = \frac{m_3 \cdot V_0 \times 10^{-3}}{m_2 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m_3 ——自工作曲线上查得铅的质量，单位为毫克（mg）；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m_2 ——试料的质量，单位为克（g）；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留三位有效数字。数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

7.3.5 精密度

7.3.5.1 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 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 ）

$w_{Zr} / \%$	0.434	0.541	0.872
$r / \%$	0.020	0.024	0.039

7.3.5.2 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 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*)

$w_{Zr} / \%$	0.434	0.541	0.872
$R / \%$	0.031	0.037	0.049

7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 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。

附录 A

(规范性)

酸溶性锆的测定（含铅、铋的镁合金）

A.1 方法概述

在溶解含铅或铋的镁合金时，铅或铋在过氧化氢的氧化下进入溶液而干扰锆的测定。测定步骤应按下述方法进行。

A.2 对测定步骤的修正

A.2.1 试剂

7.3.2 列出的试剂，过氧化氢 ($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

A.2.2 测定步骤

用以下操作步骤替代 7.3.3.4.1:

将试料置于 600 mL 烧杯中，盖上表皿，按表 17 分次加入水和盐酸，剧烈反应停止后，加入 1 mL 过氧化氢，放置 10 min，缓慢加热至试料完全溶解，加热至沸并继续煮沸 5 min。

——镁合金中不含银：溶液以中速滤纸过滤，以热水洗涤，将滤液和洗涤液收集于 500 mL 容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度，混匀。

——镁合金中含银：加入 50 mL 水，煮沸数分钟以使氯化银凝聚，冷却至室温，试液用含有滤纸浆的慢速滤纸过滤，用冷水洗涤，将滤液和洗涤液收集于 500 mL 容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度，混匀。

注 1：为避免锆在微酸性溶液中水解，试液制备后应尽快测定。

注 2：残渣可用于酸不溶性锆含量的测定。
