

铝土矿石化学分析方法 第 8 部分：

氧化镁含量的测定

火焰原子吸收光谱法

(送审稿)

# 编制说明

中铝检测科技（郑州）有限公司

2025 年 10 月

## 一、工作简况

### （一）任务来源

2023年11月有色金属标委会在昆明召开年会，中铝检测科技（郑州）有限公司向全体委员会提交了YS/T 575.8《铝土矿石化学分析方法 第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法》的标准修订建议，申请立项。2024年12月工业和信息化部工信厅科函[2024]463号下达计划，项目得到立项批准，计划号2024-1826T-YS，项目周期12个月，完成时间2025年12月20日。

### （二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

#### 1 主要参加单位情况

中铝检测科技（郑州）有限公司依托国家轻金属质量监督检验中心主要负责我国铝镁及其合金12类77种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业部分分析检测等基础技术标准的起草工作。

作为本次标准主编单位，中铝检测科技（郑州）有限公司在铝土矿分析检测方面积累了大量的实践经验，在标准编制过程中，积极主动与参编单位及广西华晟、山西华兴、中铝矿业有限公司等一些有代表性的企业联系调研，就铝土矿石中氧化镁含量测定的火焰原子吸收光谱法的具体操作步骤，如氧化镁的检测范围、铝土矿石的碱熔过程、以及基体对镁测定影响等细节问题进行问卷调查，充分了解了行业内各单位AAS法测定铝土矿石中氧化镁的检测方法及该方法的一些细节问题。在广泛征求意见的基础上，确定了起草思路，牵头制定合适的技术方案，根据国家轻金属质量检验检测中心以往对铝土矿石化学成分分析的经验 and 数据，确定了修订过程中氧化镁测定的含量范围、基体的影响等细节问题，完成了项目建议书、立项报告、标准文本、编制说明的编写工作。

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂、昆明冶金研究院有限公司作为一验单位，参加了yst575.8的全部验证工作。贵州省分析测试研究院、岛津企业管理（中国）有限公司、中铝山西新材料有限公司和大冶有色设计研究院有限公司作为二验单位，为方法精密度的确定提供了详实、可靠的试验数据，并针对验证过程中遇到的实际问题提出了合理的意见及建议。

#### 2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

起草人	单位	工作职责
-----	----	------

彭展、刘静、白万里	中铝检测科技（郑州）有限公司	主编人员，负责标准的工作指导、编写、试验方案的确定及组织协调；负责验证样品的取样与收集，负责试验方案的实施，试验数据的汇总与整理。
谢爱诚	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂	参编人员，完成试验中的一验工作。
王劲榕	昆明冶金研究院有限公司	参编人员，完成试验中的一验工作。
李家华	贵州省分析测试研究院	参编人员，完成试验中的二验工作。
张瑜	岛津企业管理（中国）有限公司	参编人员，完成试验中的二验工作。
崔军峰	中铝山西新材料有限公司	参编人员，完成试验中的二验工作。
潘晓玲	大冶有色设计研究院有限公司	参编人员，完成试验中的二验工作。

### （三）主要工作过程

#### 1 预研阶段

标准主编单位中铝检测科技（郑州）有限公司（国家轻金属质量监督检验中心）长期从事铝土矿石的分析检测工作，主编人员在长期实践过程中积累了丰富的检测经验，也发现了现行标准 YS/T 575.8 中存在的一些不足之处。在此基础上，主编单位有关技术人员，深入一线企业进行调研，了解铝土矿石中氧化镁的分析方法应用情况，先后与多家企业技术人员深入讨论标准的技术路线与方案，并根据讨论情况，由主编单位整理与撰写，提出标准修订计划。

#### 2 立项阶段

2023 年 11 月有色金属标委会在昆明召开年会，中铝检测科技（郑州）有限公司向全体委员会提交了 YS/T 575.8《铝土矿石化学分析方法 第 8 部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法》的标准修订建议，申请立项。2024 年 12 月工业和信息化部工信厅科函 [2024]463 号下达计划，项目得到立项批准，计划号 2024-1826T-YS。

#### 3 起草阶段

##### 3.1 召开任务落实会议

2025 年 4 月在昆明召开有色标委会任务落实会议，确定由中铝检测科技（郑州）有限公司为标准主编单位，深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂、昆明冶金研究院有限公司、贵州省分析测试研究院、岛津企业管理（中国）有限公司、中铝山西新材料有限公司和大冶有色设计研究院有限公司共 6 家单位为参编单位，会后确定了技术路线及试验方案，之后将标准草案和试验报告提交给各单位，启动试验验证工作。2025 年 6 月底各复验单位陆续返回试验报告，根据试验验证情况，主编单位进行了汇总整理，形成标准文本《征

求意见稿 I 》。

### 3.2 标准讨论会

2025 年 7 月 9 日~10 日在吉林省长春市召开有色标委会标准讨论会议，与会代表对标准方案的试验方案、试验进度和试验过程中出现的问题进行了初步的讨论，对存在的问题提出了合理的建议，会后主编单位修正了技术路线及试验方案，之后将修正后标准草案和试验报告提交给各单位，启动后续试验验证工作。2025 年 8 月底各复验单位陆续返回试验报告，根据试验验证情况，主编单位进行了汇总整理，形成标准文本《征求意见稿 II》。

### 3.3 标准发函征求意见情况

2025 年 9 月，标准主编单位对 YS/T 575.8《铝土矿石化学分析方法 第 8 部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法》进行广泛征求意见，共发送单位 14 个，其中使用单位 9 个，占比 64.3%，科研院所 3 个，占比 21.4%，其他单位 2 个，占比 14.3%，回函的单位数 14 个，回函并有建议或意见的单位数 10 个，没有回函单位数 0 个。根据征求意见稿的回函情况及反馈意见情况，标准编制组再次进行了讨论研究，确定了意见的采纳情况，修改了标准文本，编写了《征求意见稿的征求意见汇总表》。

## 4 预审阶段

2025 年 9 月 23 日~9 月 24 日全国有色金属标委会在山西省西安市召开项目预审会，中铝山东新材料有限公司、中铝山东有限公司、扬州中天利新材料股份有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、云南铝业股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司等来自全国 18 家单位 19 位代表参加了会议，与会代表对标准文本进行细致的预审和讨论，并提出来较好的修改意见。会后标准主编单位根据预审会讨论情况，对标准文本进一步进行修改与完善，形成标准文本《送审稿 II》。

## 5 审查阶段

## 6 报批阶段

## 二、标准编制原则

(1) 以满足我国铝行业的实际生产和铝土矿石使用的需要为原则，不断提高标准的适用性。

(2) 应用现代化的仪器提高分析的灵敏度和准确度，分析速度。

(3) 以人为本充分考虑环保的要求，不使用有毒有害的有机试剂。

(4) 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》和有色加工产品标准和国家

标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

### 三、标准主要内容的确定及主要试验和验证情况分析

#### 1 标准内容的修订思路

依托于作为国家轻金属质量监督检验中心的优势，在长期的工作中发现原标准在使用过程中存在着一些缺点，如原标准在样品碱熔块提取时只定容到 100 mL，由于样品提取需要消耗大量的热水，在日常分析中定容到 100 mL 比较困难；国外进口铝土矿石中的氧化镁含量较低，很多在 0.03% 以下，测量下限定为 0.03% 不能满足现在的检测需求；原标准的熔样方法不能实现与铝土矿中的铝、硅、铁、钛、钙等元素开展联合测量，使全元素分析周期较长；在测定镁时的原子吸收信号，容易受到溶液酸度和其它元素的干扰，在熔样过程中引入了大量的钠原子，而原标准中并未在工作曲线溶液配制过程中考虑到钠基体对镁的吸收干扰；镧盐化合物作为一种常用且高效的释放剂，在火焰原子吸收光谱法测定镁含量时被广泛认可。在分取测试溶液时，稀释比选取不适合等问题。

鉴于上述产生的问题，对 YS/T 575.8 进行重新修订，本次修订的主要内容有：

- 1、扩宽了氧化镁的检测范围，将“0.03%~2.00%”修改为“0.010%~2.50%”；
- 2、修改了熔样方法，与铝土矿中其他主要组分熔样方法保持一致。
- 3、增加了基体溶液，在配制工作曲线标准溶液时，考虑了钠基体对镁吸光度的影响；
- 4、增加了氧化镧做为释放剂，填补了技术空白。

修订后的标准可实现一次熔样，多组分联合测定，简化了作业流程，缩短了检测周期，增强了标准的实用性和适用性，能够更好的满足目前我国铝土矿检测要求，促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

#### 2 标准的适用范围的确定

本标准规定了铝土矿石中氧化镁含量的测定方法。

通过数据计算，根据工作曲线的范围，当称取样品为 0.25 g，提取样品溶液体积为 250 mL 时，移取 2 mL 稀释到 50 mL，可检测铝土矿中氧化镁含量最高为 2.50%；移取 25 mL 稀释到 50 mL，可检测铝土矿中氧化镁含量最低为 0.010%。

并根据表 35~表 38，对 11 份空白溶液进行测定，以 3 倍标准偏差对应浓度计算检出限，最低可测 0.0016%，以 10 倍标准偏差对应浓度计算定量限，最低可测 0.0058%，综合考虑将铝土矿氧化镁的测定范围定为 0.010%~2.50% 是可行的。

#### 3 熔样方法的修订

原标准称取 0.1 g 样品，提取到 100 mL，修改为称取 0.25 g 样品，提取到 250 mL，根据

稀释比例来算，两者是一致的，而后者也可以实现与铝土矿中的铝、硅、铁、钛、钙等元素开展联合测量。

## 4 主要条件试验

### 4.1 释放剂氯化锶和氧化镧加入量试验

在使用火焰原子吸收光谱法测定镁时，常受到样品中某些共存元素的干扰，例如：铝、硅、磷酸盐等，这些元素在高温火焰中可能与镁形成难挥发或热稳定的化合物，导致镁无法完全原子化，吸光度信号降低，结果偏低。因此需要加入释放剂，目的是消除共存元素的化学干扰，确保镁的原子化效率不受影响，从而提高测定的准确性和灵敏度。其中锶盐和镧盐都可以作为释放剂。但是过量释放剂可能引入背景吸收，需通过实验确定最佳添加量。

原标准YS/T 575.8-2007中使用氯化锶作为释放剂，但是仍有不少生产单位使用镧盐作为释放剂，为了便于扩大标准的适用性。本试验选取了两个不同铝土矿样品通过加入不同体积的氯化锶溶液或氧化镧溶液，确定释放剂的最佳添加量。

选取铝土矿样品（编号：LK-1）和铝土矿样品（编号：LK-2），按照分析步骤（参见标准文本）制备试液。中金岭南采用的是两个铝土矿样品GLS-9、GLK-10作为试验对象。

移取25.00 mL试液置于一组50 mL容量瓶中，分别加入0 mL、0.25 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、7 mL、9 mL氯化锶溶液（150 g/L）或氧化镧溶液（50 g/L），同时做相应的试剂空白，用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁吸光度，使用试液中镁吸光度减去试剂空白中镁吸光度得到镁净吸光度，结果见表2和表3。

表2 释放剂氯化锶加入量对镁吸光度的影响

氯化锶溶液加入体积/mL	镁吸光度/Abs					
	中铝检测		中金岭南		昆明冶金	
	LK-1	LK-2	GLS-9	GLK-10	LK-1	LK-2
0	0.1566	0.2203	0.0180	0.0534	0.1558	0.2192
0.25	0.3779	0.4947	0.0395	0.1632	0.3764	0.4958
0.5	0.4122	0.5633	0.0634	0.1910	0.4136	0.5628
1	0.4207	0.5873	0.0632	0.1931	0.4217	0.5842
2	<b>0.4219</b>	<b>0.5995</b>	0.0640	0.1924	<b>0.4219</b>	<b>0.5985</b>
3	0.4097	0.5943	<b>0.0671</b>	0.1960	0.4093	0.5928
5	0.4061	0.5836	0.0656	<b>0.1985</b>	0.4055	0.5832
7	0.3827	0.5676	0.0624	0.1892	0.3834	0.5682
9	0.3707	0.5463	0.0518	0.1704	0.3717	0.5458

表3 释放剂氧化镧加入量对镁吸光度的影响

氧化镧溶液加入体积/mL	镁吸光度/Abs		
	中铝检测	中金岭南	昆明冶金
0	0.1566	0.2203	0.0180
0.25	0.3779	0.4947	0.0395
0.5	0.4122	0.5633	0.0634
1	0.4207	0.5873	0.0632
2	<b>0.4219</b>	<b>0.5995</b>	0.0640
3	0.4097	0.5943	<b>0.0671</b>
5	0.4061	0.5836	<b>0.1985</b>
7	0.3827	0.5676	0.1892
9	0.3707	0.5463	0.1704

积/mL	LK-1	LK-2	GLS-9	GLK-10	LK-1	LK-2
0	0.1574	0.2163	0.0211	0.0460	0.1585	0.2172
0.25	0.3890	0.4308	0.0630	0.1536	0.3888	0.4326
0.5	0.4392	0.6090	0.0701	0.1955	0.4379	0.6085
1	0.4483	0.6420	0.0738	0.1954	0.4487	0.6412
2	0.4248	0.6179	0.0725	<b>0.2020</b>	0.4256	0.6184
3	<b>0.4345</b>	<b>0.6372</b>	0.0764	0.1972	<b>0.4354</b>	<b>0.6376</b>
5	0.4314	0.6321	<b>0.0778</b>	0.1963	0.4330	0.6322
7	0.4269	0.6084	0.0662	0.1875	0.4278	0.6085
9	0.4130	0.5900	0.0593	0.1848	0.4123	0.5901

结论：从表2和表3看出，铝土矿样品LK-1、LK-2、GLS-9和GLK-10中氧化镁的吸光度都随着释放剂的加入而逐步上升，达到一个峰值后，缓慢进行波动，整体呈现下降趋势。其中加入氯化锶溶液体积分别在2 mL、3 mL和5 mL时达到峰值，加入氧化镧溶液体积分别在2 mL、3 mL和5 mL时达到峰值。考虑到试验的不确定性和仪器的波动情况，为了保持试验的一致性，便于实验员操作，因此最终选择氯化锶溶液（150 g/L）和氧化镧溶液（50 g/L）释放剂加入量为**5mL**。

## 4.2 元素干扰试验

在使用火焰原子吸收光谱法分析铝土矿中氧化镁时，NaOH 熔融法会引入大量  $\text{Na}^+$ （强电离剂），加剧镁的电离（ $\text{Mg} \rightarrow \text{Mg}^+ + \text{e}^-$ ），导致基态原子数减少，吸光度下降。铝土矿中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量极高（通常>50%），熔融后  $\text{Al}^{3+}$  大量存在于溶液中。 $\text{Al}^{3+}$  与  $\text{Mg}^{2+}$  在高温火焰中可能形成热稳定的尖晶石型化合物（ $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ），阻碍镁的原子化，导致吸光度显著降低。硅以硅酸盐形式存在，可能与  $\text{Mg}^{2+}$  生成难挥发的  $\text{MgSiO}_3$ ，进一步抑制原子化效率。其他元素（ $\text{Fe}^{3+}$  等）可能通过形成复合氧化物或竞争结合释放剂，间接影响镁的测定。虽然加入释放剂可以消除部分干扰，但是对于含量较高的离子干扰影响可能无法消除，试验考察了在释放剂存在的条件下，这四种主要共存元素分别对镁测定的影响。

### 4.2.1 钠对镁测定的干扰试验

由于原标准采取的移取试液，同时补加4.5 mL盐酸（1+1）和释放剂后稀释至50 mL，盐酸酸化测试溶液，因此试验在原标准基础上考察了钠对镁吸光度的影响，为了使空白溶液的酸度与测试溶液保持一致，适当增加了加入空白溶液中的盐酸（1+1）体积。

分别移取3.00 mL氧化镁标准溶液（10  $\mu\text{g/mL}$ ）、25.00 mL或2.00 mL熔剂基体溶液（Na）、4.5 mL盐酸（1+1），5 mL氯化锶溶液（150g/L）或氧化镧溶液（50g/L）于两组50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁吸光度，重复两次结果见表4。

表4 熔剂基体溶液对镁吸光度的影响

氯化铈溶液加入体积/mL	氧化镧溶液加入体积/mL	熔剂基体溶液(Na)加入体积/mL	盐酸(1+1)加入体积/mL	测试溶液pH值	中铝检测		中金岭南		昆明冶金	
					镁吸光度/Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度/Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度/Abs	吸光度下降比例/%
5	/	0	7.5	0.046	0.5170	0.000	0.1491	0.0000	0.5166	0.000
5	/	25	4.5	0.051	0.4790	-7.45	0.1492	0.067	0.4792	-7.24
5	/	25	4.5	0.051	0.4770	-7.80	0.1481	-0.67	0.4762	-7.82
5	/	0	4.5	0.268	0.4491	0.000	0.1501	0.0000	0.4473	0.000
5	/	2	4.5	0.246	0.4505	0.312	0.1479	-1.47	0.4528	1.23
5	/	2	4.5	0.246	0.4538	1.047	0.1489	-0.80	0.4549	1.70
/	5	0	7.5	0.046	0.5300	0.000	0.2061	0.0000	0.5308	0.000
/	5	25	4.5	0.051	0.4791	-9.60	0.1869	-9.32	0.4788	-9.80
/	5	25	4.5	0.051	0.4781	-9.79	0.1875	-9.03	0.4763	-10.27
/	5	0	4.5	0.268	0.5365	0.000	0.2055	0.0000	0.5353	0.000
/	5	2	4.5	0.246	0.5210	-2.89	0.2023	-1.56	0.5233	-2.24
/	5	2	4.5	0.246	0.5091	-5.11	0.2021	-1.66	0.5088	-4.95

结论：从表4看出，中铝检测使用氯化铈作为释放剂时，熔剂基体加入25 mL时，Mg的吸光度显著下降（7.4%~7.8%）；使用氧化镧作为释放剂时，熔剂基体加入25 mL时，Mg的吸光度显著下降（9.6%~9.8%），表明熔剂基体引入干扰，熔剂基体含高浓度Na<sup>+</sup>，高盐基体可能改变溶液黏度，降低雾化效率，导致吸光度下降。而少量熔剂基体（2 mL）影响较小，大部分吸光度波动在±5%以内，可接受为实验误差范围。昆明冶金使用氯化铈作为释放剂时，熔剂基体加入25 mL时，Mg的吸光度显著下降（7.2%~7.8%）；使用氧化镧作为释放剂时，熔剂基体加入25 mL时，Mg的吸光度显著下降（9.8%~10.3%），与中铝检测试验一致。中金岭南使用氯化铈作为释放剂时，熔剂基体加入25 mL时，Mg的吸光度波动在±1%以内；使用氧化镧作为释放剂时，熔剂基体加入25 mL时，Mg的吸光度显著下降（9.3%~9.0%），表明熔剂基体引入干扰，而少量熔剂基体（2 mL）影响较小，大部分吸光度波动在±5%以内，与中铝检测试验一致。由于仪器差异，造成在使用氯化铈作为释放剂时试验现象有所不同，考虑到以影响最大的试验现象为最优条件，同时考虑酸度统一和钠基体干扰的影响，工作曲线溶液配制时，需要匹配熔剂钠基体。

#### 4.2.2 铝对镁测定的干扰试验

铝土矿中氧化铝的占比大概在30%~80%，试验通过加入铝基体溶液，模拟铝土矿中氧化铝含量在20%、40%、60%、80%时分取不同溶液稀释到50 mL时测试溶液中铝元素对镁元素吸光度的影响。

分别移取 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL 铝基体溶液 A 于 6 个 50 mL 容量瓶中，向每个容量瓶中加入 3.00 mL 氧化镁标准溶液（10 μg/mL）、25 mL 熔剂基体溶液（Na）、5 mL 氯化锶溶液（150g/L）或氧化镧溶液（50g/L），用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长 285.2 nm 处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁吸光度，结果见表 5。

表5 Al量对Mg吸光度的影响

氯化锶溶液加入体积/mL	氧化镧溶液加入体积/mL	铝基体溶液A加入体积/mL	中铝检测		中金岭南		昆明冶金	
			镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%
5	/	0	0.3671	0	0.1866	0	0.3676	0
5	/	1	0.3664	-0.19	0.1856	-0.54	0.3662	-0.38
5	/	2	0.3653	-0.49	0.1837	-1.55	0.3660	-0.44
5	/	3	0.3649	-0.60	0.1869	0.16	0.3652	-0.65
5	/	4	0.3646	-0.68	0.1842	-1.29	0.3644	-0.87
/	5	0	0.4510	0	0.2345	0	0.4515	0
/	5	1	0.4509	-0.02	0.2317	-1.19	0.4508	-0.16
/	5	2	0.4531	0.47	0.2322	-0.98	0.4500	-0.33
/	5	3	0.4487	-0.51	0.2354	0.38	0.4476	-0.86
/	5	4	0.4560	1.11	0.2340	-0.21	0.4472	-0.95

结论：从表 5 可以看出，在移取试液在 25mL 时，随着铝基体溶液加入量增加（0~4 mL），镁吸光度都呈现轻微下降趋势，当释放剂为氯化锶时，降幅<2%，当释放剂为氧化镧时，降幅<4%，这一致且微弱的波动充分说明，在选定的释放剂存在下，铝基体对镁测定的干扰已得到有效抑制，可以忽略不计。三家单位试验现象一致，**说明铝基体对镁测定的干扰在释放剂存在下可忽略，表明两种释放剂都能有效抑制铝离子的干扰。**

#### 4. 2. 3 硅对镁测定的干扰试验

铝土矿中二氧化硅的占比一般在1%~40%，试验通过加入硅基体溶液，模拟铝土矿中二氧化硅含量在10%、20%、30%、40%、50%时分取不同溶液稀释到50mL时，测试溶液中硅元素对镁元素吸光度的影响。

分别移取0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL硅基体溶液A于5个50 mL容量瓶中，并补加相应的碳酸钠溶液A，保持每个容量瓶中的钠量相等。向每个容量瓶中加入3.00 mL氧化镁标准溶液（10 μg/mL）、25 mL熔剂基体溶液（Na）、5 mL氯化锶溶液（150g/L）或氧化镧溶液（50g/L），用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁吸光度，结果见表6。

表6 Si量对Mg吸光度的影响

氯化锶	氧化镧	硅基体	碳酸钠	中铝检测	中金岭南	昆明冶金
-----	-----	-----	-----	------	------	------

溶液加入体积/mL	溶液加入体积/mL	溶液A加入体积/mL	溶液A加入体积/mL	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%
5	/	0	5	0.4758	0	0.1651	0	0.4740	0.00
5	/	1	4	0.4688	-1.47	0.1678	1.64	0.4628	-2.36
5	/	2	3	0.4609	-3.13	0.1649	-0.12	0.4619	-2.55
5	/	3	2	0.4587	-3.59	0.1639	-0.73	0.4582	-3.33
5	/	4	1	0.4620	-2.90	0.1629	-1.33	0.4627	-2.38
5	/	5	0	0.4554	-4.29	0.1660	0.55	0.4544	-4.14
/	5	0	5	0.5094	0	0.1947	0	0.5098	0
/	5	1	4	0.5125	0.61	0.1967	1.03	0.5048	-0.98
/	5	2	3	0.5071	-0.45	0.1932	-0.77	0.5034	-1.26
/	5	3	2	0.5037	-1.12	0.1958	0.57	0.5011	-1.71
/	5	4	1	0.5011	-1.63	0.1946	-0.05	0.4988	-2.16
/	5	5	0	0.4978	-2.28	0.1972	1.28	0.4976	-2.39

结论: 从表 6 可以看出, 在移取试液在 25 mL 时, 随着硅基体溶液加入量增加(0~5 mL), 镁吸光度都呈现轻微下降趋势, 当释放剂为氯化锶时, 降幅<4%, 当释放剂为氧化镧时, 降幅<3%, 这一致且微弱的波动充分说明, 在选定的释放剂存在下, 硅基体对镁测定的干扰已得到有效抑制, 可以忽略不计。三家试验结果一致, **说明硅基体对镁测定的干扰在释放剂存在下可忽略, 表明两种释放剂都能有效抑制硅离子的干扰。**

#### 4.2.4 铁对镁测定的干扰试验

铝土矿中氧化铁含量一般占比1%~40%, 试验通过加入铁基体溶液, 模拟铝土矿中氧化铁含量在10%、20%、30%、40%、50%时分取不同溶液稀释到50mL时, 测试溶液中铁元素对镁元素吸光度的影响。

分别移取0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL铁基体溶液A于一组50 mL容量瓶中, 向每个容量瓶中加入3.00 mL氧化镁标准溶液(10 μg/mL)、25 mL熔剂基体溶液(Na)、5 mL氯化锶溶液(150g/L)或氧化镧溶液(50g/L), 用水稀释至刻度, 混匀。于原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处, 以空气-乙炔火焰, 以水调零, 测定镁吸光度, 结果见表7。

表7 Fe量对Mg吸光度的影响

氯化锶溶液加入体积/mL	氧化镧溶液加入体积/mL	铁基体溶液A加入体积/mL	中铝检测		中金岭南		昆明冶金	
			镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%
5	/	0	0.4170	0	0.1775	0	0.4178	0
5	/	1	0.4193	0.55	0.1771	-0.225	0.4196	0.43
5	/	2	0.4184	0.34	0.1749	-1.465	0.4183	0.12
5	/	3	0.4206	0.86	0.1753	-1.239	0.4203	0.60

5	/	4	0.4291	2.90	0.1768	-0.394	0.4297	2.85
5	/	5	0.4264	2.25	0.1742	-1.859	0.4269	2.18
/	5	0	0.4888	0	0.2227	0	0.4888	0
/	5	1	0.4900	0.25	0.2292	2.919	0.4938	1.02
/	5	2	0.4792	-1.96	0.2286	2.649	0.4812	-1.55
/	5	3	0.4804	-1.72	0.2248	0.943	0.4724	-3.36
/	5	4	0.4825	-1.29	0.2226	-0.045	0.4833	-1.13
/	5	5	0.4878	-0.21	0.2213	-0.629	0.4868	-0.41

结论：从表7可以看出，在移取试液在25mL时，随着铁基体溶液加入量增加(0~5mL)，镁吸光度都呈现轻微下降趋势，当释放剂为氯化锶时，幅动变化<3%，当释放剂为氧化镧时，幅动变化<2%，这一致且微弱的波动充分说明，在选定的释放剂存在下，铁基体对镁测定的干扰已得到有效抑制，可以忽略不计。三家单位试验结果一致，说明铁基体对镁测定的干扰在释放剂存在下可忽略，表明两种释放剂都能有效抑制铁离子的干扰。

因此综合上述实验结果，在配制工作曲线溶液时可以不用匹配铝、硅、铁基体。

#### 4.2.5 混合元素的影响

由于在测试过程中，测试溶液里包含Na、Al、Si、Fe等多种元素的混合溶液，因此试验通过加入不同元素基体溶液，模拟铝土矿中不同元素比例条件下，分取不同溶液稀释到50mL时，测试溶液中Al、Si、Fe元素同时存在时对Mg元素吸光度的影响。

试验分成三种情况，假设铝土矿中灼减为10%，氧化铝占比分别占比40%、60%、80%，在不同氧化铝占比情况下，进行不同二氧化硅和氧化铁含量的正交条件试验。

分别移取不同体积的铝基体溶液A、硅基体溶液A、碳酸钠溶液A、铁基体溶液A于一组50mL容量瓶中，向每个容量瓶中加入3.00 mL氧化镁标准溶液(10 μg/mL)、25 mL熔剂基体溶液(Na)、5 mL氯化锶溶液(150g/L)或氧化镧溶液(50g/L)，用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁吸光度，结果见表8和表9。

表8 释放剂为氯化锶时混合元素对Mg吸光度的影响

铝基体溶液A加入体积/mL	硅基体溶液A加入体积/mL	碳酸钠溶液A加入体积/mL	铁基体溶液A加入体积/mL	中铝检测		中金岭南		昆明冶金	
				镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%	镁吸光度 Abs	吸光度下降比例/%
2	0	0	0	0.4161	0.00	0.2196	0	0.4112	0
2	0	5	5	0.4165	0.10	0.2136	-2.73	0.4133	0.51
2	1	4	4	0.4220	1.42	0.2145	-2.32	0.4189	1.87
2	2	3	3	0.4267	2.55	0.2128	-3.10	0.4176	1.56
2	3	2	2	0.4250	2.14	0.2151	-2.05	0.4193	1.97

2	4	1	1	0.4226	1.56	0.2163	-1.50	0.4153	1.00
2	5	0	0	0.4197	0.87	0.2154	-1.91	0.4172	1.46
3	0	0	0	0.4141	-0.48	0.2130	-3.01	0.4106	-0.15
3	0	5	3	0.4093	-1.63	0.2127	-3.14	0.4098	-0.34
3	1	4	2	0.4237	1.83	0.2140	-2.55	0.4122	0.24
3	2	3	1	0.4248	2.09	0.2127	-3.14	0.4123	0.27
3	3	2	0	0.4276	2.76	0.2125	-3.23	0.4188	1.85
4	0	0	0	0.4150	-0.26	0.2136	-2.73	0.4067	-1.09
4	0	5	1	0.4123	-0.91	0.2139	-2.60	0.4111	-0.02
4	1	4	0	0.4239	1.87	0.2120	-3.46	0.4063	-1.19

表9 释放剂为氧化镧时混合元素对Mg吸光度的影响

铝基体 溶液A 加入体 积/mL	硅基体 溶液A 加入体 积/mL	碳酸钠 溶液A 加入体 积/mL	铁基体 溶液A 加入体 积/mL	中铝检测		中金岭南		昆明冶金	
				镁吸光 度 Abs	吸光度 下降比 例/%	镁吸光 度 Abs	吸光度 下降比 例/%	镁吸光 度 Abs	吸光度 下降比 例/%
2	0	0	0	0.4538	0.00	0.2470	0	0.4912	0
2	0	5	5	0.4606	1.50	0.2463	-0.28	0.4874	-0.77
2	1	4	4	0.4589	1.12	0.2452	-0.73	0.4858	-1.10
2	2	3	3	0.4590	1.15	0.2498	1.13	0.4846	-1.34
2	3	2	2	0.4506	-0.71	0.2488	0.730	0.4799	-2.30
2	4	1	1	0.4513	-0.55	0.2457	-0.53	0.4877	-0.71
2	5	0	0	0.4537	-0.02	0.2481	0.45	0.4875	-0.75
3	0	0	0	0.4615	1.70	0.2452	-0.73	0.4892	-0.41
3	0	5	3	0.4590	1.15	0.2457	-0.53	0.4872	-0.81
3	1	4	2	0.4587	1.08	0.2431	-1.58	0.4831	-1.65
3	2	3	1	0.4532	-0.13	0.2445	-1.01	0.4833	-1.61
3	3	2	0	0.4578	0.88	0.2461	-0.36	0.4839	-1.49
4	0	0	0	0.4542	0.09	0.2437	-1.34	0.4858	-1.10
4	0	5	1	0.4526	-0.26	0.2444	-1.05	0.4899	-0.26
4	1	4	0	0.4629	2.01	0.2442	-1.13	0.4898	-0.29

结论：从表 8 和表 9 数据可以看出，分取 25 mL 试液时，当铝基体溶液 A 加入量从 2 mL → 4 mL（模拟 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 占比 40%→80%），硅、铁协同共存溶液中，在不同释放剂存在下，三家数据的吸光度下降比例 < 4.0%；分取 2 mL 试液时，当铝基体溶液 A 加入量从 2 mL → 4 mL（模拟 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 占比 40%→80%），硅、铁协同共存溶液中，在不同释放剂存在下，三家单位数据的吸光度下降比例 < 5.0%，这一致且微弱的波动充分说明，在 Na、Al、Si、Fe 四种主要元素混合存在下，当加入释放剂后，混合元素对镁测定的干扰已得到有效抑制。

因此综合上述实验结果，**在配制工作曲线溶液时可以不用铝、硅、铁基体。**

#### 4.2.6 工作曲线测试酸度的确定

由于铝土矿石的测试溶液中含有大量的铝、硅、铁、钛等元素，Ti<sup>4+</sup>在 pH > 2 时就会

开始剧烈水解沉淀，Fe<sup>3+</sup>在 pH> 2.5 时也基本沉淀完全。如果 pH 值高于这个范围，溶液中的钛和铁会形成胶体或不溶性氢氧化物，导致两个严重问题：测定结果偏低、机器堵塞和成分干扰。在 pH<1 的强酸性环境中，铝能以稳定的 Al<sup>3+</sup>离子形式存在，避免了在 pH~3 时就开始的水解。硅则能最大限度地保持可溶态，延缓其聚合和凝胶化过程。因此，一般将测试溶液的 pH 值控制在<1，可有效地将极易水解的元素保持在可溶的离子状态，确保它们能稳定地存在于溶液中，从而保证分析的代表性和准确性。

根据查询火焰原子吸收光谱法测定镁相关标准文件，一般溶液 pH 值会选择 0.2~0.9。本方法在测试氧化镁时，当分取了 25 mL 测试溶液稀释至 50 mL，此时稀释后溶液的 pH 值为 0.46，满足测试需求，而工作曲线溶液由于补加了 25 mL 基体溶液，pH 值和稀释后溶液保持一致；当分取 2 mL 测试溶液稀释至 50 mL，此时稀释后溶液的 pH 值分别为 1.55，无法满足测试需求，当补加 3 mL 盐酸（1+1）时 pH 值达到 0.41，满足测试需求。

**总结：分取 25mL 试液时，通过补加基体溶液不需要加入多余的盐酸。分取 2 mL 时，需补加 3 mL 盐酸（1+1）。**

## 4.3 样品分析

### 4.3.1 工作曲线的绘制

#### 4.3.1.1 工作曲线一（适用于MgO含量在0.010%~1.00%）

移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL氧化镁标准溶液（10 μg/mL）分别置于一组50 mL容量瓶中，移取5 mL氯化锶溶液（150g/L）或氧化钡溶液（50g/L），25 mL 基体溶液（Na），用水冲至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长 285.2 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁吸光度。以氧化镁质量浓度为横坐标，吸光度（减去零浓度的吸光度）为纵坐标，绘制校准曲线，数据见表10~表20。

表10 氧化镁（锶盐）工作曲线一数据（中铝检测）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.0734	0.1500	0.2999	0.4521	0.5957	0.7356
R <sup>2</sup>	0.9998						
线性方程	Y=0.7396X+0.002						
特征浓度	0.0059						

$\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	
----------------------------------	--

表11 氧化镁（镧盐）工作曲线一数据（中铝检测）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.0824	0.1659	0.3319	0.4913	0.6472	0.7936
$R^2$	0.9995						
线性方程	$Y=0.7976X+0.0057$						
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.0055</b>						

表12 氧化镁（锶盐）工作曲线一数据（中金岭南）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0208	0.0534	0.0823	0.1375	0.1904	0.2430	0.2996
$R^2$	0.9995						
线性方程	$Y=0.275X+0.0249$						
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.015</b>						

表13 氧化镁（镧盐）工作曲线一数据（中金岭南）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0197	0.0605	0.1009	0.1743	0.2460	0.3212	0.3964
$R^2$	0.9995						
线性方程	$Y=0.3712X+0.0249$						
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.011</b>						

表14 氧化镁（锶盐）工作曲线一数据（岛津）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

体积mL							
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0004	0.0383	0.0830	0.1682	0.2492	0.3250	0.4011
$R^2$	0.9994						
线性方程	$Y=0.40379X+0.0019230$						
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.0110</b>						

表15 氧化镁（镧盐）工作曲线一数据（岛津）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0002	0.0539	0.1045	0.2017	0.2969	0.3875	0.4745
$R^2$	0.9992						
线性方程	$Y=0.47423X+0.0069551$						
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.0093</b>						

表16 氧化镁（铈盐）工作曲线一数据（昆明冶金）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.0736	0.1522	0.3001	0.4535	0.5966	0.7366
$R^2$	0.9998						
线性方程	$Y=0.7402X+0.0026$						
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.0059</b>						

表17 氧化镁（镧盐）工作曲线一数据（昆明冶金）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

氧化镁的质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.0828	0.1671	0.3342	0.4925	0.6473	0.7953
R <sup>2</sup>	0.9995						
线性方程	Y=0.7984X+0.0063						
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	<b>0.0055</b>						

表18 氧化镁（锶盐）工作曲线一数据（山西新材料）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.008	0.047	0.092	0.178	0.256	0.339	0.425
R <sup>2</sup>	0.9999						
线性方程	Y=0.4162X+0.0078						
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	<b>0.0096</b>						

表19 氧化镁（镧盐）工作曲线一数据（山西新材料）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.009	0.055	0.111	0.203	0.298	0.388	0.485
R <sup>2</sup>	0.9997						
线性方程	Y=0.4744X+0.0112						
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	<b>0.0087</b>						

表20 氧化镁（锶盐）工作曲线一数据（大冶）

序号	1	2	3	4	5	6	/
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	/
标准曲线 浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	/
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.015	0.020	0.025	/
吸光度 Abs	0.0016	0.0628	0.1239	0.1795	0.2355	0.297	/

R <sup>2</sup>	0.9997
线性方程	y=0.5859x+0.0036
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0.0075

结论：从表10~表20的数据可以看出，锶盐和镧盐作为释放剂，各家单位配制的氧化镁工作曲线溶液，其R<sup>2</sup>都在0.999以上，在此氧化镁浓度范围内线性关系非常好，测量结果非常可靠，说明后续根据工作曲线计算的MgO含量具有较高的可信度。

#### 4.3.1.2 工作曲线二（适用于MgO含量在>1.00%~2.50%）

移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL氧化镁标准溶液（10 μg/mL）分别置于一组50 mL容量瓶中，移取5 mL氯化锶溶液（150g/L）或氧化镧溶液（50g/L），2 mL 基体溶液（Na），3mL盐酸（1+1），用水冲至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁吸光度。以氧化镁质量浓度为横坐标，吸光度（减去零浓度的吸光度）为纵坐标，绘制校准曲线，数据见表21~表31。

表21 氧化镁（锶盐）工作曲线二数据（中铝检测）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.1614	0.3258	0.4803	0.6343	0.7816
R <sup>2</sup>	0.9996					
线性方程	Y=0.7830X+0.0057					
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0.0058					

表22 氧化镁（镧盐）工作曲线二数据（中铝检测）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.1764	0.3555	0.5271	0.6995	0.8631
R <sup>2</sup>	0.9998					
线性方程	Y=0.8652X+0.0043					
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0.0051					

表23 氧化镁（锶盐）工作曲线二数据（中金岭南）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0099	0.0738	0.1251	0.1803	0.2367	0.2934
$R^2$	0.9994					
线性方程	$Y=0.2802X+0.0131$					
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.017</b>					

表24 氧化镁（镧盐）工作曲线二数据（中金岭南）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0346	0.1075	0.1832	0.2541	0.3328	0.3968
$R^2$	0.9995					
线性方程	$Y=0.3654X+0.0355$					
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.012</b>					

表25 氧化镁（锶盐）工作曲线二数据（岛津）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0006	0.0910	0.1795	0.2627	0.3419	0.4255
$R^2$	0.9994					
线性方程	$Y=0.42291X+0.0054095$					
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.0103</b>					

表26 氧化镁（镧盐）工作曲线二数据（岛津）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0002	0.1148	0.2152	0.3192	0.4144	0.5072
$R^2$	0.9990					
线性方程	$Y=0.50540X+0.0091333$					
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.0087</b>					

表27 氧化镁（锶盐）工作曲线二数据（昆明冶金）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.1612	0.3249	0.4811	0.6347	0.7826
$R^2$	0.9997					
线性方程	$Y=0.7842X+0.0053$					
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.0058</b>					

表28 氧化镁（镧盐）工作曲线二数据（昆明冶金）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.1766	0.3568	0.5266	0.6989	0.8647
$R^2$	0.9998					
线性方程	$Y=0.8657X+0.0044$					
特征浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	<b>0.0051</b>					

表29 氧化镁（锶盐）工作曲线二数据（山西新材料）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050

质量mg						
吸光度 Abs	0.011	0.118	0.235	0.358	0.469	0.592
R <sup>2</sup>	0.9996					
线性方程	Y=0.583X+0.0057					
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0.0074					

表30 氧化镁（镧盐）工作曲线二数据（山西新材料）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.010	0.120	0.246	0.368	0.487	0.610
R <sup>2</sup>	0.9998					
线性方程	Y=0.6033X+0.0052					
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0.0071					

表31 氧化镁（锶盐）工作曲线二数据（大冶）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50
标准曲线 浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.015	0.020	0.025
吸光度 Abs	0.0012	0.0652	0.1301	0.1905	0.2498	0.3125
R <sup>2</sup>	0.9998					
线性方程	y=0.6202x+0.0032					
特征浓度 μg·mL <sup>-1</sup>	0.0071					

结论：从表21~表31的数据可以看出，锶盐和镧盐作为释放剂，各家单位配制的氧化镁工作曲线溶液，其R<sup>2</sup>都在0.999以上，在此氧化镁浓度范围内线性关系非常好，测量结果非常可靠，说明后续根据工作曲线计算的MgO含量具有较高的可信度。

#### 4.3.2 仪器的精密度

4.3.2.1 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%，选择释放剂为氧化镧的工作曲线一和工作曲线二中5.00mL氧化镁标准溶液加入量进行试验，对同一瓶溶液进行10次吸光度测量，数据见表32~表36。

表32 工作曲线（氧化镧）稳定性数据A（中铝检测）

	工作曲线一	工作曲线二
最高浓度吸光度值Abs	0.9776、0.9634、0.9726、0.9658、0.9817、0.9686、0.9814、0.9756、0.9659、0.9949	1.0660、1.0666、1.0697、1.0774、1.0790、1.0505、1.0788、1.0791、1.0772、1.0740
平均值A	0.9748	1.0718
A×1.0%	0.010	0.010
标准偏差S	0.0075	0.0069

表33 工作曲线（氧化镧）稳定性数据A（中金岭南）

	工作曲线一	工作曲线二
最高浓度吸光度值Abs	0.3366、0.3390、0.3354、0.3360、0.3349、0.3372、0.3358、0.3341、0.3342、0.3347	0.3677、0.3634、0.3677、0.3663、0.3664、0.3672、0.3663、0.3653、0.3671、0.3663
平均值A	0.3358	0.3664
A×1.0%	0.0034	0.0037
标准偏差S	0.0015	0.0013

表34 工作曲线（氧化镧）稳定性数据A（岛津）

	工作曲线一	工作曲线二
最高浓度吸光度值Abs	0.4622、0.4633、0.4628、0.4604、0.4642、0.4648、0.4623、0.4656、0.4635、0.4673	0.5074、0.5069、0.5042、0.5067、0.5031、0.5062、0.5093、0.5033、0.5063、0.5056
平均值A	0.4636	0.5059
A×1.0%	0.0046	0.0052
标准偏差S	0.0019	0.0019

表35 工作曲线（氧化镧）稳定性数据A（昆明冶金）

	工作曲线一	工作曲线二
最高浓度吸光度值Abs	0.9776、0.9634、0.9726、0.9658、0.9817、0.9686、0.9814、0.9756、0.9659、0.9949	1.0660、1.0666、1.0697、1.0774、1.0790、1.0505、1.0788、1.0791、1.0772、1.0740
平均值A	0.9748	1.0718
A×1.0%	0.010	0.011
标准偏差S	0.0096	0.0090

表36 工作曲线（氧化镧）稳定性数据A（山西新材料）

	工作曲线一	工作曲线二
最高浓度吸光度值	0.4728、0.4736、0.4739、0.4732、0.4697、0.4742、0.4759、0.4752、0.4762、0.4756	0.6042、0.5994、0.6062、0.5955、0.6068、0.6087、0.6049、0.6031、0.6029、0.6047
平均值A	0.4740	0.6036
A×1.0%	0.0048	0.0060
标准偏差S	0.0019	0.0038

结论：根据表32~表36来看，所有单位均能满足标准测试要求。

4.3.2.2 用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）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%，选择释放剂为氧化镧的工作曲线一中的0.50mL氧化镁标准溶液加入量和工作曲线二中1.00mL氧化镁标准溶液加入量分别进行试验，对同一瓶溶液进行10次吸光度测量，数据见表37~表41。

表37 工作曲线（氧化镧）稳定性数据B（中铝检测）

	工作曲线一	工作曲线二
最低浓度吸光度值Abs	0.1153、0.1137、0.1133、0.1136、 0.1138、 0.1157、0.1162、0.1140、0.1132、 0.1144	0.2402、0.2431、0.2440、0.2438、 0.2466、 0.2455、0.2471、0.2469、0.2479、 0.2471
平均值A	0.1143	0.2452
A×0.5%	0.0049	0.0049
标准偏差S	0.0009	0.0020

表38 工作曲线（氧化镧）稳定性数据B（中金岭南）

	工作曲线一	工作曲线二
最低浓度吸光度值Abs	0.0538、0.0535、0.0537、0.0537、 0.0537、 0.0534、0.0532、0.0533、0.0533、 0.0533	0.1020、0.1024、0.1028、0.1029、 0.1023、 0.1029、0.1029、0.1027、0.1022、 0.01020
平均值A	0.0535	0.1025
A×0.5%	0.0017	0.0018
标准偏差S	0.00022	0.00037

表39 工作曲线（氧化镧）稳定性数据B（岛津）

	工作曲线一	工作曲线二
最低浓度吸光度值Abs	0.0537、0.0533、0.0543、0.0533、 0.0532、0.0535、0.0531、0.0536、 0.0534、0.0537	0.1188、0.1192、0.1214、0.1216、 0.1206、0.1208、0.1194、0.1213、 0.1202、0.1203
平均值A	0.0535	0.1204
A×0.5%	0.0023	0.0025
标准偏差S	0.0003	0.0010

表40 工作曲线（氧化镧）稳定性数据B（昆明冶金）

	工作曲线一	工作曲线二
最低浓度吸光度值Abs	0.1105、0.1162、0.1099、0.1145、 0.1175、0.1156、0.1172、0.1123、 0.1112、0.1125	0.2389、0.2405、0.2419、0.2445、 0.2455、0.2423、0.2419、0.2433、 0.2460、0.2438
平均值A	0.1137	0.2429
A×0.5%	0.0049	0.0053
标准偏差S	0.0027	0.0021

表41 工作曲线（氧化镧）稳定性数据B（山西新材料）

	工作曲线一	工作曲线二
最低浓度吸光度值	0.0810、0.0813、0.0809、0.0816、 0.0817、0.0808、0.0814、0.0805、 0.0815、0.0.0816	0.118、0.120、0.116、0.117、 0.119、0.123、0.114、0.116、 0.117、0.115
平均值A	0.0812	0.118

A×0.5%	0.0008	0.0012
标准偏差S	0.0004	0.0026

结论：根据表37~表41来看，所有单位均能满足标准对仪器测试要求。

**4.3.2.3 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**0.020 μg/mL**。对11份空白溶液进行测定，计算标准偏差，以3倍标准偏差对应浓度计算检出限，以10倍标准偏差对应浓度计算定量限，结果见表42~表45。

表42 方法特征浓度、检出限和定量限（中铝检测）

释放剂	工作曲线一（25mL）				工作曲线二（2mL）			
	氯化锶	对应样品中MgO含量/%	氧化镧	对应样品中MgO含量/%	氯化锶	对应样品中MgO含量/%	氧化镧	对应样品中MgO含量/%
实际特征浓度/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.0059	/	0.0055	/	0.0058	/	0.0051	/
方法检出限/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.0078	<b>0.0016</b>	0.0084	<b>0.0017</b>	0.0018	<b>0.0045</b>	0.0042	<b>0.011</b>
方法定量限/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.026	<b>0.0052</b>	0.028	<b>0.0056</b>	0.0061	<b>0.015</b>	0.014	<b>0.035</b>

表43 方法特征浓度、检出限和定量限（中金岭南）

释放剂	工作曲线一（25mL）				工作曲线二（2mL）			
	氯化锶	对应样品中MgO含量/%	氧化镧	对应样品中MgO含量/%	氯化锶	对应样品中MgO含量/%	氧化镧	对应样品中MgO含量/%
实际特征浓度/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.0098	/	0.011	/	0.010	/	0.012	/
方法检出限/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.00066	<b>0.0001</b>	0.0017	<b>0.0003</b>	0.0008	<b>0.0020</b>	0.0022	<b>0.0055</b>
方法定量限/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.0022	<b>0.0044</b>	0.0056	<b>0.0011</b>	0.0027	<b>0.0068</b>	0.0072	<b>0.018</b>

表44 方法特征浓度、检出限和定量限（岛津）

释放剂	工作曲线一（25mL）				工作曲线二（2mL）			
	氯化锶	对应样品中MgO含量/%	氧化镧	对应样品中MgO含量/%	氯化锶	对应样品中MgO含量/%	氧化镧	对应样品中MgO含量/%
实际特征浓度/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.0110	/	0.0093	/	0.0103	/	0.0087	/
方法检出限/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.0020	<b>0.0004</b>	0.0007	<b>0.0001</b>	0.0014	<b>0.0035</b>	0.0005	<b>0.0013</b>
方法定量限/ μg·mL <sup>-1</sup>	0.0065	<b>0.0013</b>	0.0024	<b>0.0005</b>	0.0047	<b>0.012</b>	0.0015	<b>0.0038</b>

表45 方法特征浓度、检出限和定量限（昆明冶金）

	工作曲线一（25mL）				工作曲线二（2mL）			
--	-------------	--	--	--	------------	--	--	--

释放剂	氯化锶	对应样品中MgO含量/%	氧化镧	对应样品中MgO含量/%	氯化锶	对应样品中MgO含量/%	氧化镧	对应样品中MgO含量/%
实际特征浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0.0065	/	0.0063	/	0.0069	/	0.0063	/
方法检出限/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0.0082	<b>0.0016</b>	0.0088	<b>0.0018</b>	0.0020	<b>0.0050</b>	0.0045	<b>0.012</b>
方法定量限/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0.027	<b>0.0054</b>	0.029	<b>0.0058</b>	0.0067	<b>0.017</b>	0.015	<b>0.038</b>

注：特征浓度：相当于能产生1%吸收信号（即0.0044A吸光度值）的待测元素浓度（ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ）。

结论：根据表42~表45的结果来看，工作曲线一（适用于MgO含量在0.010%~1.00%），氯化锶为释放剂，方法检出限最低可检测MgO含量为0.0016%，方法定量限最低可检测MgO含量为0.0054%；氧化镧为释放剂，方法检出限最低可检测MgO含量为0.0018%，方法定量限最低可检测MgO含量为0.0058%，满足工作曲线一的适应范围。工作曲线二（适用于MgO含量在>1.00%~2.50%），氯化锶为释放剂，方法检出限最低可检测MgO含量为0.0050%，方法定量限最低可检测MgO含量为0.017%；氧化镧为释放剂，方法检出限最低可检测MgO含量为0.012%，方法定量限最低可检测MgO含量为0.038%，满足工作曲线二的适应范围。

4.3.2.4 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。选择释放剂为氧化镧的工作曲线一和工作曲线二进行试验，数据见表46~表53。

表46 工作曲线一（镧盐）线性数据（中铝检测）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液体积/mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的质量/mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.0824	0.1659	0.3319	0.4913	0.6472	0.7936
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1.78 > 0.70							

表47 工作曲线二（镧盐）线性数据（中铝检测）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液体积/mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

氧化镁的质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.1764	0.3555	0.5271	0.6995	0.8631
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0.93>0.70						

表48 工作曲线一（镧盐）线性数据（中金岭南）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0197	0.0605	0.1009	0.1743	0.2460	0.3212	0.3964
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1.84>0.70							

表49 工作曲线二（镧盐）线性数据（中金岭南）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0346	0.1075	0.1832	0.2541	0.3328	0.3968
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0.88>0.70						

表50 工作曲线一（镧盐）线性数据（岛津）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0002	0.0539	0.1045	0.2017	0.2969	0.3875	0.4745
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1.61>0.70							

表51 工作曲线二（镧盐）线性数据（岛津）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0.0002	0.1148	0.2152	0.3192	0.4144	0.5072
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 $0.81 > 0.70$						

表52 工作曲线一（镧盐）线性数据（昆明冶金）

序号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 体积mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.005	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.0792	0.1589	0.3172	0.4762	0.6346	0.7912
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 $1.98 > 0.70$							

表53 工作曲线二（镧盐）线性数据（昆明冶金）

序号	1	2	3	4	5	6
标准溶液 体积mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准曲线 浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
氧化镁的 质量mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
吸光度 Abs	0	0.1705	0.3405	0.5102	0.6802	0.8512
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 $1.00 > 0.70$						

结论：从表46~表53数据可以看出，各家单位的工作曲线线性数据能够满足要求。

### 4.3.3 准确度试验

#### 4.3.3.1 标准样品（CRMs）准确度测试

选取了三个铝土矿国家标准样品，编号分别为GLK-2、GLK-10和GLS-9；按照标准方法进行准确度试验，氧化镁测定结果见表54~表57。

表54 准确度试验结果（n=3）（中铝检测）

样品编号	MgO测定值/%	MgO标准值/%	绝对差值/%
GLK-2	0.33	0.31	0.02
GLK-10	0.18	0.15	0.03
GLS-9	0.034	0.042	-0.008

表55 准确度试验结果（n=3）（中金岭南）

样品编号	MgO测定值/%	MgO标准值/%	绝对差值/%
GLK-2	0.32	0.31	0.01
GLK-10	0.15	0.16	0.01
GLS-9	0.040	0.042	0.002

表56 准确度试验结果 (n=3) (岛津)

样品编号	MgO测定值/%	MgO标准值/%	绝对差值/%
GLK-1	0.083	0.080	0.003
GLK-2	0.32	0.31	0.01
GLK-10	0.15	0.16	0.01

表57 准确度试验结果 (n=3) (昆明冶金)

样品编号	MgO测定值/%	MgO标准值/%	绝对差值/%
GLK-2	0.30	0.31	0.01
GLK-10	0.17	0.16	0.01
GLS-9	0.044	0.042	0.002

结论：由试验结果可知，各单位准确度测试结果符合允许差要求。

#### 4.3.3.2 加标回收试验

原标准氧化镁的测定范围是0.03%~2.00%，修订后标准对原测定范围进行了扩大，修改后的测定范围为0.010~2.50%。需要验证修订后的氧化镁(MgO)测定方法在0.010%~0.030% (低浓度端)和2.00%~2.50% (高浓度端)这两个新扩展的浓度范围内的分析准确性。由于缺少相应的铝土矿有证标准物质(CRMs)，因此采用了替代方案——加标回收实验。

将样品Mg-0.01#和Mg-6#两个样品按照标准文本溶成试液。

试验A：分别移取25.00 mL Mg-0.01#样品试液于三个50mL容量瓶中，加入5 mL氯化锶溶液(150 g/L)，并向其中两个容量瓶中加入2.00 mL氧化镁标准溶液B(1 μg/mL)，用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，试液与工作曲线一系列标准溶液同时测定吸光度，由校准曲线查出相应氧化镁质量浓度。使用释放剂氧化镧溶液(50 g/L)做相同实验。

试验B：分别移取2.00 mL Mg-6#样品试液于三个50mL容量瓶中，加入5 mL氯化锶溶液(150 g/L)，并向其中两个容量瓶中加入3.00 mL氧化镁标准溶液B(1 μg/mL)，用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，试液与工作曲线二系列标准溶液同时测定吸光度，由校准曲线查出相应氧化镁质量浓度。使用释放剂氧化镧溶液(50 g/L)做相同实验。

根据上述数据，计算加标回收结果见表58~表60。

表58 加标回收结果 (中铝检测)

检测范围	试验样品	试液体积/mL	试液MgO浓度/μg/mL	试液中MgO质量/μg	加入MgO质量/μg	加标后溶液MgO浓度/μg/mL	加标后溶液中MgO质量/μg	回收率*/%	释放剂
------	------	---------	---------------	-------------	------------	------------------	----------------	--------	-----

0.010% ~ 0.030%	Mg-0.0 1#	50	0.0880	4.40	2.00	0.1284	6.42	101.0 0	氯化 锶
		50	0.0880	4.40	2.00	0.1281	6.41	100.2 5	
	Mg-0.0 1#	50	0.0929	4.64	2.00	0.1320	6.60	98.00	氧化 镧
		50	0.0929	4.64	2.00	0.1341	6.71	103.5 0	
2.00% ~ 2.50%	Mg-6#	50	0.9208	46.04	3.00	0.9812	49.06	100.6 7	氯化 锶
		50	0.9208	46.04	3.00	0.9818	49.09	101.6 7	
	Mg-6#	50	0.9193	45.96	3.00	0.9791	48.96	100.0 0	氧化 镧
		50	0.9193	45.96	3.00	0.9766	48.83	95.67	

表59 加标回收结果(中金岭南)

检测范围	试验样品	试液 体积 /mL	试液 MgO浓 度 $\mu\text{g/mL}$	试液 中MgO 质量/ $\mu\text{g}$	加入 MgO质 量/ $\mu\text{g}$	加标后溶 液MgO浓 度 $\mu\text{g/mL}$	加标后 溶液中 MgO质 量/ $\mu\text{g}$	回收 率*/%	释放 剂
0.010% ~ 0.030%	Mg-0.0 1#	50	0.0681	3.41	2.00	0.1075	5.38	98.50	氯化 锶
		50	0.0681	3.41	2.00	0.1088	5.44	101.5 0	
	Mg-0.0 1#	50	0.0672	3.36	2.00	0.1069	5.35	99.50	氧化 镧
		50	0.0672	3.36	2.00	0.1066	5.33	98.50	
2.00% ~ 2.50%	Mg-6#	50	0.9355	46.78	3.00	0.9957	49.79	100.3 3	氯化 锶
		50	0.9355	46.78	3.00	0.9946	49.73	98.33	
	Mg-6#	50	0.9412	47.06	3.00	0.9998	49.99	97.67	氧化 镧
		50	0.9412	47.06	3.00	0.9995	49.98	97.33	

表60 加标回收结果(昆明冶金)

检测范围	试验样品	试液 体积 /mL	试液 MgO浓 度 $\mu\text{g/mL}$	试液 中MgO 质量/ $\mu\text{g}$	加入 MgO质 量/ $\mu\text{g}$	加标后溶 液MgO浓 度 $\mu\text{g/mL}$	加标后 溶液中 MgO质 量/ $\mu\text{g}$	回收 率*/%	释放 剂
0.010% ~ 0.030%	Mg-0.0 1#	50	0.0920	4.60	2.00	0.1316	6.58	99.00	氯化 锶
		50	0.0920	4.60	2.00	0.1322	6.61	100.5 0	
	Mg-0.0 1#	50	0.0972	4.86	2.00	0.1366	6.83	98.50	氧化 镧
		50	0.0972	4.86	2.00	0.1380	6.90	102.0 0	
2.00% ~ 2.50%	Mg-6#	50	0.9322	46.61	3.00	0.9932	49.66	101.6 7	氯化 锶
		50	0.9322	46.61	3.00	0.9930	49.65	101.3 3	
	Mg-6#	50	0.9308	46.54	3.00	0.9888	49.44	96.67	氧化 镧
		50	0.9308	46.54	3.00	0.9878	49.39	95.00	

结论：从表58~表60的数据可以看出，低浓度范围(0.010%~0.030%)验证，使用氯化锶作释放剂：中铝检测的两次平行实验的回收率分别为101.00%和100.25%，平均回收率为

100.63%；中金岭南的两次平行实验的回收率分别为98.50%和101.50%，平均回收率为100.00%；昆明冶金的两两平行实验的回收率分别为99.00%和100.50%，平均回收率为99.75%。使用氧化镧作释放剂：中铝检测的两次平行实验的回收率分别为98.00%和103.50%，平均回收率为100.75%；中金岭南的两次平行实验的回收率分别为99.50%和98.50%，平均回收率为99.00%；昆明冶金的两两平行实验的回收率分别为98.50%和102.00%，平均回收率为100.25%。在低浓度端，四种情况的回收率结果都非常理想，平均回收率都接近100%，这表明修订后的方法在低浓度范围（0.010%~0.030%）具有很好的准确性，且氯化锶和氧化镧两种释放剂的效果相当，无显著差异。

高浓度范围（2.00%~2.50%）验证，使用氯化锶作释放剂：中铝检测的两次平行实验的回收率分别为100.67%和101.67%，平均回收率为101.17%。中金岭南的两次平行实验的回收率分别为100.33%和98.33%，平均回收率为99.33%。昆明冶金的两两平行实验的回收率分别为101.67%和101.33%，平均回收率为101.50%。使用氧化镧作释放剂：中铝检测的两次平行实验的回收率分别为100.00%和95.67%，平均回收率为97.84%。中金岭南的两次平行实验的回收率分别为97.67%和97.33%，平均回收率为97.50%。昆明冶金的两两平行实验的回收率分别为101.67%和101.33%，平均回收率为101.50%。在高浓度端，两种释放剂的回收率仍在公认的可接受范围内（通常为95%~105%）。这表明修订后的方法在高浓度范围（2.00%~2.50%）同样具有很好的准确性。

#### 4.3.4 精密度试验

根据氧化镁的测定范围分成合适的若干段，找到适合分段范围的五个样品，并对样品进行相应的样品处理，根据标准方法将每个样品重复测定11次，进行数据统计，结果见表61~表65。

表61 Mg-0.01#精密度试验统计结果

氧化镁范围/%	单位名称	MgO测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
0.010 ~ 0.030	中铝检测	0.018、0.018、0.019、0.018、0.018、 0.018、0.018、0.018、0.018、0.018、 0.019	0.018	0.0004	2.33
	中金岭南	0.013、0.013、0.013、0.013、0.014、 0.013、0.013、0.014、0.013、0.012、 0.014	0.013	0.0005	3.88
	昆明冶金	0.012、0.012、0.012、0.013、0.012、 0.012、0.012、0.013、0.011、0.012、 0.012	0.012	0.0005	4.46
	贵州院	0.013、0.011、0.012、0.014、0.011、	0.013	0.0013	10.36

		0.013、0.012、0.014、0.015、0.012、0.014			
	岛津	0.018、0.017、0.018、0.018、0.017、0.018、0.018、0.018、0.017、0.018、0.018	0.018	0.0005	2.63
	大冶	0.021、0.018、0.018、0.020、0.022、0.020、0.020、0.019、0.018、0.019、0.019	0.019	0.0012	6.35
	山西新材料	0.017、0.018、0.017、0.017、0.017、0.016、0.017、0.017、0.016、0.016、0.016	0.017	0.0004	2.62

表62 Mg-2#精密度试验统计结果

氧化镁范围/%	单位名称	MgO测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
0.030 ~ 0.10	中铝检测	0.069、0.068、0.065、0.067、0.068、0.067、0.066、0.065、0.065、0.067、0.066	0.067	0.0013	1.89
	中金岭南	0.085、0.086、0.085、0.085、0.084、0.083、0.083、0.085、0.085、0.083、0.085	0.085	0.0012	1.42
	昆明冶金	0.068、0.066、0.065、0.066、0.063、0.065、0.065、0.066、0.068、0.065、0.066	0.066	0.0014	2.16
	贵州院	0.061、0.065、0.064、0.059、0.062、0.063、0.065、0.066、0.061、0.060、0.064	0.063	0.0023	3.64
	岛津	0.084、0.084、0.084、0.084、0.084、0.085、0.084、0.084、0.085、0.086、0.085	0.084	0.0007	0.81
	大冶	0.081、0.079、0.081、0.081、0.083、0.083、0.082、0.081、0.080、0.080、0.080	0.081	0.0012	1.47
	山西新材料	0.069、0.069、0.069、0.068、0.066、0.069、0.070、0.068、0.068、0.069、0.069	0.069	0.0010	1.45

表63 Mg-3#精密度试验统计结果

氧化镁范围/%	单位名称	MgO测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
0.10 ~ 0.50	中铝检测	0.34、0.32、0.32、0.33、0.34、0.33、0.32、0.32、0.32、0.32、0.33	0.33	0.0042	1.29
	中金岭南	0.33、0.32、0.32、0.32、0.30、0.33、0.31、0.31、0.33、0.32、0.32	0.32	0.0076	2.40
	昆明冶金	0.33、0.33、0.33、0.33、0.33、0.33、0.34、0.32、0.33、0.33、0.33	0.33	0.0035	1.06
	贵州院	0.32、0.30、0.29、0.30、0.32、0.32、0.30、0.32、0.31、0.31、0.33	0.31	0.0122	3.93
	岛津	0.34、0.34、0.34、0.34、0.34、0.34、0.34、0.34、0.34、0.34、0.34	0.34	0	0

	大冶	0.33、0.31、0.31、0.31、0.33、0.32、 0.32、0.31、0.32、0.33、0.33	0.32	0.0076	2.39
	山西新材料	0.35、0.35、0.35、0.34、0.35、0.35、 0.35、0.34、0.34、0.33、0.36	0.35	0.0073	2.13

表64 Mg-5#精密度试验统计结果

氧化镁范围/%	单位名称	MgO测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
1.00 ~ 2.00	中铝检测	1.36、1.33、1.36、1.37、1.35、1.37、 1.36、1.36、1.34、1.37、1.36	1.36	0.011	0.84
	中金岭南	1.50、1.40、1.44、1.39、1.43、1.42、 1.46、1.44、1.39、1.48、1.43	1.43	0.035	2.45
	昆明冶金	1.34、1.32、1.35、1.37、1.33、1.35、 1.34、1.32、1.32、1.34、1.32	1.34	0.016	1.19
	贵州院	1.29、1.24、1.30、1.31、1.32、1.29、 1.33、1.29、1.25、1.33、1.28	1.29	0.029	2.27
	岛津	1.39、1.38、1.38、1.39、1.39、1.38、 1.38、1.39、1.39、1.38、1.38	1.38	0.005	0.38
	大冶	1.33、1.33、1.28、1.28、1.30、1.32、 1.29、1.29、1.29、1.33、1.33	1.30	0.022	1.71
	山西新材料	1.38、1.38、1.38、1.37、1.38、1.38、 1.39、1.37、1.37、1.36、1.37	1.37	0.007	0.54

表65 Mg-6#精密度试验统计结果

氧化镁范围/%	单位名称	MgO测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
2.00 ~ 2.50	中铝检测	2.34、2.34、2.34、2.30、2.33、2.33、 2.31、2.29、2.30、2.27、2.30	2.31	0.024	1.02
	中金岭南	2.35、2.33、2.34、2.35、2.34、2.33、 2.32、2.34、2.35、2.35、2.34	2.34	0.009	0.38
	昆明冶金	2.34、2.27、2.33、2.31、2.34、2.32、 2.31、2.32、2.32、2.35、2.35	2.32	0.023	0.97
	贵州院	2.25、2.32、2.29、2.26、2.24、2.28、 2.27、2.33、2.35、2.29、2.39	2.30	0.046	2.00
	岛津	2.23、2.23、2.23、2.21、2.24、2.23、 2.23、2.25、2.24、2.23、2.25	2.23	0.011	0.50
	大冶	2.34、2.27、2.25、2.25、2.29、2.29、 2.28、2.32、2.38、2.35、2.34	2.30	0.044	1.90
	山西新材料	2.35、2.35、2.36、2.36、2.34、2.36、 2.35、2.35、2.36、2.35、2.35	2.35	0.007	0.29

精密度试验表明，各元素测量的标准偏差和相对标准偏差均在可接受范围内，方法具备良好的精密度。

该项标准共有 7 家验证单位。依据 GB/T6379.2-2004 的要求对 7 家实验室在不同水平上的分析数据进行统计，对不同元素不同水平的数据计算重复性方差与实验室间方差和再现性方差，从而确定了方法的重复性限和再现性限，见表 66 所示。

表 66 方法精密度计算结果

	Mg-0.01#	Mg-2#	Mg-3#	Mg-5#	Mg-6#
总平均值	0.016	0.073	0.33	1.35	2.31
r	0.003	0.006	0.03	0.08	0.09
R	0.008	0.027	0.06	0.16	0.18

#### 4.4 结论

1、镧盐和锶盐都可作为使用原子吸收光谱法测定镁的释放剂，可根据实际需要进行选择加入锶盐或镧盐。

2、熔样过程中引入大量的 Na 对镁吸光度的影响比较大，在配制工作曲线溶液中需要匹配相应的 Na 量；试液中 Al、Si 和 Fe 对测定镁吸光度的影响较小，考虑仪器本身的不稳定性，可以忽略不计，因此不用匹配 Al、Si 和 Fe 基体。

3、综上所述，该方法可以作为火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化镁含量的标准方法。

#### 四、标准中涉及专利情况

本标准不涉及专利问题。

#### 五、预期达到的社会效益等情况

##### （一）项目的必要性简述

铝土矿石是氧化铝生产的重要原材料，而中国是氧化铝生产大国，全球超过一半以上的氧化铝均由国内生产，这使得国内每年的铝土矿消耗量十分巨大，因此建立一种能够准确测量铝土矿石中各种元素含量的化学分析方法是十分重要的。

近年来，随着国内铝土矿资源的匮乏，进口矿石逐渐占领国内铝土矿市场的半壁江山，在铝土矿石贸易过程中，除使用主量元素评价铝土矿石品质外，也需要考察矿石中的杂质元素含量情况。铝土矿石的常规化学分析项目为：Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、K<sub>2</sub>O、Na<sub>2</sub>O、CaO、MgO、烧失量 9 个项目，MgO 作为铝土矿中的杂质元素，虽含量不高，但也是评价铝土矿石品质的重要指标之一，在进行矿石全元素分析时，几乎所有的企业都会选择 MgO 作为必要的分析组分，因此十分有必要建立一种能够准确测量铝土矿中 MgO 含量的分析方法。

YS/T 575 系列标准为《铝土矿石化学分析方法》，拟有 28 个部分组成，本文件规定了使用火焰原子吸收光谱法测量铝土矿中 MgO 含量的操作技术要求。最新一次修订是在 2007 年，距上次标准发布已经过了十几年，标准在使用时还存在着一些问题：

1、国外进口铝土矿石中的氧化镁含量较低，很多在 0.03% 以下，测量下限定为 0.03% 不能满足现在的检测需求；

2、原标准的熔样方法不能实现与铝土矿中的铝、硅、铁、钛、钙等元素开展联合测量，使全元素分析周期较长。

3、原标准在样品碱熔块提取时只定容到 100mL，由于样品提取需要消耗大量的热水，在日常分析中定容到 100mL 比较困难；

4、在测定镁时的原子吸收信号，容易受到溶液酸度和其它元素的干扰，在熔样过程中引入了大量的钠原子，而原标准中并未在工作曲线溶液配制过程中考虑到钠基体对镁的吸收干扰。

鉴于此，对 YS/T 575.8 进行重新修订，本次修订的主要内容有：

1、扩宽了氧化镁的检测范围，将“0.03%~2.00%”修改为“0.010%~2.50%”；

2、修改了熔样方法，与铝土矿中其他主要组分熔样方法保持一致。

3、增加了基体溶液，在配制工作曲线标准溶液时，考虑了钠基体对镁吸光度的影响；

修订后的标准可实现一次熔样，多组分联合测定，简化了作业流程，缩短了检测周期，增强了标准的实用性和适用性，能够更好的满足目前我国铝土矿检测要求，促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

## （二）项目的可行性简述

目前，铝土矿石中氧化镁的分析方法主要有两种：一种是 X 射线荧光光谱分析方法；一种是火焰原子吸收光谱法。X 射线荧光光谱法虽然具有制样简单、分析速度快的优点，但是其准确测量必须建立在与待测样品含量相似、晶型相似的标准样品之上，铝土矿种类繁多，市场上流通的标准样品不能够含盖所有的铝土矿样品，另外由于现在普遍使用的国产硼酸盐熔剂的原料含有一定量的镁杂质，因此在检测低含量（<0.1%）氧化镁含量，其准确度受到影响。而火焰原子吸收分光光度法作为一种传统的化学分析方法，对标准样品的要求没有那么苛刻，有其不可取代的优点，另外使用火焰原子吸收光谱法时镁元素的吸光度较高，可以较准确地测定较低含量的氧化镁，为其它仪器校准提供基础。

本次修订针对原标准中技术路线的缺陷进行了完善，规定了铝土矿中镁含量的测定范围，统一了稀释体积，加入了基体溶液。检测方案在技术路线上较为成熟，能有效提高铝土矿种氧化镁含量的检测速度及准确度，经试验证明切实可行。

## （三）标准的先进性、创新性、标准实施后产生的经济效益和社会效益

在国际上和发达国家中，均没有相应的分析方法标准来测量铝土矿中的镁含量。我国现行标准为 YS/T 575.8-2007，但该标准在技术路线方面存在一定的缺陷，急需修订。修订后的标准整体达到国际先进水平，为我国铝土矿石的成分评价提供准确、快速的检测方法，进

一步推进我国铝土矿石进出口贸易的规范化，为我国铝工业的良好发展打下基础。

## 六、采用国际标准和国外先进标准情况

本标准未采用国际标准和国外先进标准。

## 七、与现行相关法律、法规、规章、及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况。

本标准属于有色金属标准体系。本标准完全符合国家法律、法规的有关的要求；在技术要求、试验方法等方面与国内相关标准协调一致；标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合 GB/T 1.1 的有关要求。

## 八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

## 九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定，建议该标准为推荐性行业标准。

## 十、贯彻标准的要求和措施建议

1、组织措施：建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向铝土矿石的使用单位以及有关的检测机构宣传本标准。建议本标准尽快发布，各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。建议由国家标准化委员会轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动，利用各种条件，如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网上发布等。

2、技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。对于标准使用过程中容易出现疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3、过渡办法：建议本标准批准发布 6 个月后实施。

## 十一、废止现行相关标准的建议

在本标准发布实施之日起，代替 YS/T 575.8-2007《铝土矿石化学分析方法 氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。

## 十二、其他应予以说明的事项

无。

《铝土矿石化学分析方法 氧化镁含量的测定  
火焰原子吸收光谱法》编制组

2025 年 10 月 23 日