

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量

GB 223.46—89

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The flame atomic absorption spectrometric  
method for the determination of magnesium content

代替 GB 223.46—85

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定镁量。

本标准适用于铸铁、碳钢、低合金钢及高温合金中镁量的测定。测定范围：0.002%~0.100%。

### 2 方法提要

试样以盐酸、硝酸溶解，将试样溶液喷入空气-乙炔火焰中，用镁空心阴极灯做光源，于原子吸收光谱仪波长285.2 nm处，测量其吸光度。

加入氯化锶做干扰抑制剂，消除共存元素硅、铝、钛等的干扰。为消除基体元素的影响，绘制校准曲线时，须加入与试样溶液相近量的铁或镍。

### 3 试剂

本方法中所用的水，均为二次蒸馏水。

3.1 高纯铁(含镁量<0.0005%)。

3.2 高纯镍(含镁量<0.0005%)。

3.3 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)，超纯。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 锶溶液(5%)：称取 152.4 g 氯化锶(优级纯或再结晶  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )置于 250 mL 烧杯中，用水溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.8 铁溶液：称取 10.0 g 纯铁(3.1)，置于 500 mL 烧杯中，加入 40~50 mL 盐酸(3.3)，缓慢加入 5~10 mL 硝酸(3.5)，低温加热溶解完全后，继续蒸发至小体积，冷却，加入 100 mL 水，加热至盐类溶解，冷却后移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 mg 铁。

3.9 镍溶液：称取 10.0 g 纯镍(3.2)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸(3.6)，微热溶解完全后，继续加热至小体积，冷却，加入 100 mL 水，加热至盐类溶解，冷却后移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 mg 镍。

3.10 镁标准溶液：

3.10.1 称取 0.1659 g 经 850℃灼烧 30 min 并在干燥器中冷却至室温的氧化镁(99.99%以上)，置于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸(3.4)，加热溶解后，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶

液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  镁。

3.10.2 移取 10.00 mL 镁标准溶液(3.10.1)置于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  镁。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器,镁空心阴极灯,空气-乙炔气体要足够纯净(不含水、油及镁),以提供稳定清澈的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标:

##### 4.1 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液,测量 10 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差。此标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液)测量 10 次吸光度,并计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

##### 4.2 特征浓度

本标准镁的特征浓度应优于 0.005  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

##### 4.3 检出限

本标准镁的检出限应优于 0.002  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

##### 4.4 校准曲线的线性

校准曲线上端 20% 浓度范围内的斜率(表示为吸光度的变化量)与下端 20% 浓度范围的斜率比不应小于 0.7。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

g

试 样	试 样 量
铁基试样	0.1000~1.0000
镍基试样	0.1000~0.5000

##### 5.2 测定数量

称取两份试样进行测定,取其平均值。

##### 5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

##### 5.4 测定

###### 5.4.1 铁基试样

将试样(5.1)置于 100 mL 石英烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),滴加 2~3 mL 硝酸(3.5),盖上表皿,低温加热溶解,蒸发至近干,再加 5 mL 盐酸(3.3),加 20 mL 水,低温加热溶解盐类,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 锶溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。以下按 5.4.3 进行。

###### 5.4.2 镍基试样

将试样(5.1)置于 100 mL 石英烧杯中,加 10~15 mL 盐酸(3.3),盖上表皿,低温加热溶解,再滴加 2 mL 硝酸(3.5),继续加热至试样完全溶解(根据不同的钢种,可采用适当比例的盐酸-硝酸混合酸溶

解),蒸发至近干。加入 2~3 mL 盐酸(3.3)、10 mL 水,低温加热溶解可溶性盐类,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,加 2 mL 锶溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。试样溶液如析出钨、钼等沉淀,必须放置澄清或干过滤。

#### 5.4.3 吸光度的测定

将试样溶液在原子吸收光谱仪上,于波长 285.2 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度,从校准曲线上查出镁的浓度。

注:试样溶液中含镁量高于校准曲线范围时,采用稀释法使镁量在最佳测定范围内(0.1~0.7 μg/mL),并保持每 25 mL 溶液中含 1 mL 锶溶液(3.7),绘制校准曲线所用标准溶液,含基体元素量(铁与镍)必须与试样保持一致。

#### 5.5 校准曲线的绘制

5.5.1 移取六份与试样量相同的铁溶液(3.8)于 100 mL 容量瓶中,加入 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 镁标准溶液(3.10),分别加入 10 mL 盐酸(3.4)、4 mL 锶溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。以下按 5.5.3 进行。

5.5.2 移取六份与试样量相同的镍溶液(3.9)于 50 mL 容量瓶中,加入 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 镁标准溶液(3.10),分别加入 5 mL 盐酸(3.4)、2 mL 锶溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。以下按 5.5.3 进行。

5.5.3 校准溶液系列与试样溶液、空白溶液同时测定,并以镁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

#### 6 分析结果的计算

按下式计算镁的百分含量:

$$\text{Mg}(\%) = \frac{(c_2 - c_1) \cdot V}{m \times 10^6} \times 100$$

式中:  $c_1$ ——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中镁的浓度, μg/mL;

$c_2$ ——自校准曲线上查得的试样溶液中镁的浓度, μg/mL;

$V$ ——被测试样溶液的体积, mL;

$m$ ——试样量, g。

#### 7 精密度

本标准的精密度是在 1988 年选择 11 个水平由 10 个实验室共同实验结果确定的,精密度见表 2。

表 2

水平范围, % (m/m)	重复性 $r$	再现性 $R$
0.002~0.10	$r = 0.000\ 275\ 8 + 0.024\ 44\ m$	$R = 0.000\ 322\ 1 + 0.061\ 16\ m$

如果两个独立测试结果之间的差值,超过表中所列精密度函数关系式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

**附加说明：**

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准主要起草人李玉珍、李锦文。

本标准水平等级标记 GB 223.46—89 I。