



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.7—2010
代替 GB/T 12689.7—2004

锌及锌合金化学分析方法 第7部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys—
Part 7: Determination of magnesium content—
Flame atomic absorption spectrometric method

(ISO 3750:2006(E), Zinc alloys—Determination of magnesium
content—Flame atomic absorption spectrometric method, MOD)

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 12689—2010《锌及锌合金化学分析方法》分为 13 个部分：

- 第 1 部分：铝量的测定 铬天青 S-聚乙二醇辛基苯基醚-溴化十六烷基吡啶分光光度法、CAS 分光光度法和 EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法、火焰原子吸收光谱法和电解法；
- 第 5 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铅量的测定 示波极谱法；
- 第 7 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 9 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡量的测定 苯芴酮-溴化十六烷基三甲胺分光光度法；
- 第 11 部分：镧、铈合量的测定 三溴偶氮胂分光光度法；
- 第 12 部分：铅、镉、铁、铜、锡、铝、砷、锑、镁、镧、铈量的测定 电感耦合等离子体 发射光谱法；
- 第 13 部分：光电发射光谱法。

本部分为第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分修改采用 ISO 3750:2006(E)《锌合金 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》(英文版)。

本部分在主要技术内容上与 ISO 3750:2006(E)相同,编写结构不完全对应,在附录 A 中列出了本部分章条编号与 ISO 3750:2006(E)章条编号的对照一览表,在附录 B 中列出了本部分与 ISO 3750:2006(E)的技术性差异及其原因一览表。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。

本部分代替 GB/T 12689.7—2004《锌及锌合金化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》。本部分与原标准相比,主要变化如下：

- 测定范围的下限由 0.010% 下延到 0.002 0%；
- 增加了试验报告条款；
- 增加了附录 A 和附录 B。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

本部分参加起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、湖南水口山有色金属集团有限责任公司、陕西东岭冶炼有限公司。

本部分主要起草人：刘莹晶、涂小红、唐红、杨越、王洪刚、王军学、向德磊、闫慧。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12689.7—2004；
- GB/T 12689.7—1990。

锌及锌合金化学分析方法

第7部分：镁量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中镁含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中镁含量的测定。测定范围：0.002 0%~0.20%。

2 方法原理

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解，在稀盐酸介质中，以镧盐抑制铝的干扰，用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处，测量镁的吸光度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二级水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.3 盐酸-硝酸混合酸：将 180 mL 盐酸(3.1)和 4 mL 硝酸(3.2)混合。

3.4 镧溶液(50 g/L)：称取 29.5 g 氧化镧，置于 400 mL 烧杯中，加入 25 mL 盐酸(3.1)，加热溶解完全，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.5 锌基体溶液(10 g/L)：称取 10 g 金属锌($w_{Zn} \geq 99.99\%$ 且 $w_{Mg} \leq 0.0002\%$)，置于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水、60 mL 盐酸-硝酸混合酸(3.3)，加热溶解完全，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.6 铝基体溶液(1 g/L)：称取 1.00 g 金属铝($w_{Al} \geq 99.99\%$ 且 $w_{Mg} \leq 0.0002\%$)，置于 400 mL 烧杯中，加入少量盐酸(3.1)，加热溶解完全，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.7 镁标准贮存溶液：准确称取 1.000 0 g 金属镁($w_{Mg} \geq 99.99\%$)，置于 400 mL 烧杯中，加入 20 mL 水、5 mL 盐酸(3.1)，加热溶解完全，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

3.8 镁标准溶液：移取 10.00 mL 镁标准贮存溶液(3.7)，置于 1 000 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.1)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镁。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，镁的特征浓度应不大于 0.005 μ g/mL；

——精密密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；