

ICS 77.120.01

H 12

备案号:

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 2362—2015

镁合金中钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Determination of sodium content in magnesium alloys—Flame atomic absorption
spectrometric method

2015 – 11 – 25 发布

2015 – 12 – 25 实施

吉林省质量技术监督局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由吉林出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：通化出入境检验检疫局。

本标准起草人：李洪丽、张焕杰、赵巍巍、史晓丽、李金琦、李墨浠、杨璐、张旭光。

镁合金中钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了测定镁合金中钠含量的火焰原子吸收光谱法。

本标准适用于钠含量在0.1 %~1 %范围内的镁合金。

本标准不适用于不溶于盐酸的镁合金。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 6379.2 测量方法与结果的准确度 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试样方法。

3 原理

试样用盐酸溶解，火焰原子吸收光谱法测定，外标法定量。

4 试剂

除非另有说明，所用试剂均为优级纯；水符合 GB/T 6682 规定的二级水的要求。

4.1 盐酸： $\rho=1.18$ g/mL。

4.2 硝酸： $\rho=1.42$ g/mL。

4.3 盐酸溶液（1+1）：取等体积的盐酸（4.1）和水，混匀。

4.4 盐酸溶液（5+95）：取 5 mL 的盐酸（4.1）和 95 mL 水，混匀。

4.5 硝酸溶液（2+8）：取 20 mL 硝酸（4.2）和 80 mL 水，混匀。

4.6 钠标准储备溶液：将基准氯化钠预先在 450 °C~500 °C 灼烧 1.5 h~2 h，冷却到 200 °C 左右，并在干燥器中冷却至室温，准确称取 2.541 g 于 250 mL 烧杯中溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容，摇匀。储存于干燥的聚乙烯瓶。此溶液每毫升含 1.0 mg 钠。

4.7 钠标准中间工作溶液：移取 10.00 mL 钠标准储备溶液（4.6）于 100 mL 容量瓶中，以水定容，摇匀。此溶液每毫升含 100 μ g 钠。

5 测定用器具

所用的玻璃器皿均需用硝酸溶液（4.5）浸泡 12 h 以上，用水反复冲洗干净。确保所有试剂及器皿不会带来钠污染。

5.1 原子吸收光谱仪。

5.2 电子天平：感量 0.1 mg。

5.3 电热板。

5.4 移液管：1 mL，5 mL，10 mL。

5.5 容量瓶：100 mL。

6 试样

厚度不大于1 mm的镁合金碎屑，取代表性样品10 g。

7 操作步骤

7.1 称取 0.1 g 试样（6），精确至 1 mg，置于 250 mL 烧杯中加入 10 mL 水，慢慢加入 10 mL 盐酸溶液（4.3），待试样完全溶解后，加热煮沸 2 min，取下冷却，移入 100 mL 容量瓶中，以水定容至刻度，混匀。同时按上述操作做空白试验。

7.2 移取钠标准溶液（4.7） 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，以盐酸溶液（4.4）定容，每毫升溶液相当于含 0.0 μg、1.0 μg、2.0 μg、4.0 μg、8.0 μg 钠。

7.3 适当调整燃烧器角度，将标准系列溶液（7.2）和样液（7.1）在原子吸收光谱仪上波长 589.6 nm 处，以空气-乙炔火焰测定钠的吸光度。以含 0.0 μg 钠的标准溶液调节零点，以钠标准溶液浓度和对应吸光度，绘制标准工作曲线，试样吸光度与曲线比较求得钠含量。每个样品独立进行两次测定，取其平均值。

8 结果计算

钠的含量以钠的质量分数 $\omega(\text{Na})$ 计，按公式（1）计算：

$$\omega(\text{Na}) = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中：

$\omega(\text{Na})$ ——测定试样中钠的含量，单位为克每百克（g/100g）；

c ——测定样液中钠的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

c_0 ——空白样液中钠的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试样处理液的定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后两位。

9 精密度

本标准精密度数据按照 GB/T 6379.2 规定，确定其重复性和再现性以95%的置信度计算。钠的浓度在0.1%~1%范围内。

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，这两个测试结果的绝对差值不应超过0.02%的重复性限 r 。

9.2 再现性

实验室之间分析结果的差值不应超过0.03%的再现性限 R 。
