中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镁量

UDC 669.27:543
.42:546.46

GB 4324.16—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of magnesium content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中镁量的测定。测定范围：0.00030～0.020%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样经过氧化氢分解后，在氢氧化铵存在下，加入适量柠檬酸以防止溶液混浊，以标准加入法于原子吸收分光光度计波长285.2nm处，以空气－乙炔火焰进行镁的测定。

2 试剂

2.1 氢氧化铵（比重0.90），超纯。

2.2 过氧化氢（比重1.10），超纯。

2.3 柠檬酸溶液（50%）。

2.4 镁标准溶液

2.4.1 称取0.1000g金属镁（99.99%），置于200ml烧杯中，加入50ml水、5 ml硝酸（比重1.42），加热溶解后，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg镁。

2.4.2 移取10.00ml镁标准溶液（2.4.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10μg镁。

3 仪器

原子吸收分光光度计，镁空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计应达到下列指标。

最低灵敏度：工作曲线中所用等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸光度应不低于0.250。

工作曲线线性：工作曲线中所用等差浓度标准溶液中，最高和次高浓度标准溶液的吸光度之差应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度差值的0.8倍。

最低稳定性：工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得的吸光度，相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数，应分别小于1.5%和0.6%。最低稳定性变异系数的计算见附录A（补充件）。

WFX－110型原子吸收分光光度计的工作条件参数见附录B（参考件）。

4 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

国家标准局1984－04－12发布　　1985－03－01实施

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

5.2 试样量

称取0.1000～2.000g试样。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样（5.2）置于200ml石英烧杯中，用水湿润，分次加入10～20ml过氧化氢（2.2），盖上塑料表皿，微热溶解，取下，冷却。

5.4.2 加入2～4ml氢氧化铵（2.1），加热煮沸1～2min，冷却，加2～4ml柠檬酸溶液（2.3）。

5.4.3 将溶液移入50ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.4 将溶液在原子吸收分光光度计上，于波长285.2nm处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调零，测量镁的吸光度。

5.4.5 从工作曲线上查出相应的镁浓度。

5.5 工作曲线的绘制

将五个相同的试样量按5.4.1和5.4.2款进行。

分别移入一组50ml容量瓶中，再分别加入0.00，1.00，2.00，3.00，4.00ml镁标准溶液(2.4.2)，用水稀释至刻度，混匀。以下按5.4.4款进行。以镁浓度为横坐标，吸光度(减去零浓度溶液的吸光度）为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算镁的百分含量：

$$\mathrm{Mg}(\%)=\frac{(m_2-m_1)V}{m\times 10^6}\times 100$$

式中：m_2——从工作曲线上查得的镁浓度，μg/ml；

m_1——从工作曲线上查得的随同试样空白的镁浓度，μg/ml；

V——试液总体积，ml；

m——试样量，g。

允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

%

镁　　量	允　许　差
0.00030～0.00090	0.00025
>0.0009～0.0030	0.0005
>0.0030～0.0060	0.0010
>0.0060～0.009	0.002
>0.009～0.020	0.003

附 录 A
最低稳定性变异系数的计算
（补充件）

A.1 最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度读数的变异系数计算公式如下：

$$S = \frac{100}{\overline{C}}\sqrt{\frac{\Sigma (C-\overline{C})^2}{n-1}} \quad \cdots\cdots (A.1)$$

附 录 B
WFX-110型原子吸收分光光度计的工作条件参数
（参考件）

元素	工作条件参数						
钠	波长 nm	狭缝 mm	灯电流 mA	燃烧器高度 mm	空气流量 l/min	乙炔流量 l/min	倍率
	589.0	0.08	1.35	8.0	6.0	1.4	×2

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人汤锡五。