



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.17—2005

镁及镁合金化学分析方法 钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of kalium content and natrium content
—Flame atomic absorption spectrophotometric method

2005-07-26 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准共分为 19 部分,包括 20 个元素的 25 项化学分析方法。

本标准是对 GB/T 13748.1~13748.10—1992 的修订,本次修订主要有如下变化:

- 根据新的国家标准 GB/T 3499—2003《原生镁锭》、GB/T 5153—2004《变形镁及镁合金牌号和化学成分》、GB/T 19078—2003《铸造镁合金锭》以及相关的国际标准和国外标准的规定,本次修订新增分析方法 12 项,其中增加了 10 个元素的分析方法,分别为:Sn(GB/T 13748.2)、Li(GB/T 13748.3)、Y(GB/T 13748.5)、Ag(GB/T 13748.6)、Pb(GB/T 13748.13)、Ca(GB/T 13748.16)、K 和 Na(GB/T 13748.17)、Cl(GB/T 13748.18)、Ti(GB/T 13748.19),以及锰含量的测定(GB/T 13748.4 的方法三)、高含量铜的测定(GB/T 13748.12 的方法二)、低含量锌的测定(GB/T 13748.15 的方法二)。
- 重新起草了锆天青 S 氯化十四烷基吡啶分光光度法测定铝含量(GB/T 13748.2 的方法二)、重量法测定稀土含量(GB/T 13748.8)。
- 对二甲苯酚橙分光光度法测定锆含量进行了修订并扩展了测定范围(GB/T 13748.7)。
- 扩展了锰(GB/T 13748.4 的方法一)、铁(GB/T 13748.9)、硅(GB/T 13748.10)、钡(GB/T 13748.11)、铜(GB/T 13748.12)、镍(GB/T 13748.14)等元素的测定范围。
- 《8-羟基喹啉分光光度法测定铝含量》(GB/T 13748.1 的方法一)、《8-羟基喹啉重量法测定铝含量》(GB/T 13748.1 方法三)、《高碘酸盐分光光度法测定锰含量方法二》(GB/T 13748.4 的方法二)、《火焰原子吸收光谱法测定锌含量》(GB/T 13748.15)为编辑性整理后予以确认的方法。

本标准修订后代替了 GB/T 4374—1984《镁粉和铝镁合金粉化学分析方法》中的相关部分,即 GB/T 13748.9、GB/T 13748.10、GB/T 13748.12、GB/T 13748.18 分别代替 GB/T 4374.2—1984、GB/T 4374.3—1984、GB/T 4374.1—1984、GB/T 4374.5—1984。

本标准共有 7 个部分的 9 项分析方法非等效采用国际标准,分别为:

- GB/T 13748.1:NEQ ISO 791:1973;
- GB/T 13748.4:NEQ ISO 2353:1972、ISO 809:1973、ISO 810:1973;
- GB/T 13748.8:NEQ ISO 2355:1972;
- GB/T 13748.9:NEQ ISO 792:1973;
- GB/T 13748.10:NEQ ISO 1975:1973;
- GB/T 13748.14:NEQ ISO 4058:1977;
- GB/T 13748.15:NEQ ISO 4194:1981。

本标准中采用国际标准的各部分,其标准名称和标准文本结构为了与系列标准协调一致,均与所采用的国际标准不完全相同。

本标准代替 GB/T 13748.1~13748.10—1992。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准化计量质量研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、北京有色金属研究总院、洛阳铜加工集团有限责任公司公

GB/T 13748. 17—2005

司、抚顺铝厂、西南铝业(集团)有限责任公司、东北轻合金有限责任公司起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748. 1~13748. 10—1992、GB/T 4374. 1~4374. 3—1984、GB/T 4374. 5—1984。

前 言

GB/T 13748—2005 共分为 19 部分,本部分为第 17 部分。

GB/T 13748—1992 中没有规定钾、钠的测定方法。国际标准中也没有相应的测定方法。基于我国原生镁锭的实际质量,需要制定原生镁锭中钾、钠的测定方法。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分由洛阳铜加工集团有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:王淑华、路培乾、冯敬东。

本部分主要验证人:张华星、梁丽霞。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

镁及镁合金化学分析方法

钾含量和钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中钾、钠含量的测定方法。

本部分适用于原生镁锭中钾、钠含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.020 0%。

2 方法提要

试样用盐酸溶解，用火焰原子吸收光谱法在原子吸收光谱仪上，于波长 766.5 nm 和 589.2 nm 处，以空气-乙炔贫燃性火焰分别测定钾、钠的含量。

3 试剂

3.1 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)：优级纯。

3.3 钾、钠标准贮存溶液：准确称取 2.541 g 和 1.907 g 预先在 450℃~500℃灼烧 1.5 h~2 h，并在干燥器中冷却至室温的基准氯化钠和氯化钾于 300 mL 烧杯中溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容，摇匀。贮存于干燥的聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钾、1 mg 钠。

3.4 钾、钠标准溶液：移取 10.00 mL 钾、钠标准贮存溶液(3.3)于 1 000 mL 容量瓶中，以水定容，摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 钾、钠。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附钾、钠空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下述指标的原子吸收光谱仪均可使用。

——特征浓度：在与测量试样溶液的基体相一致的溶液中，钾、钠的特征浓度不大于 0.010 μ g/mL。

——精密性：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差不应超过平均吸光度的 1.0%；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，其标准偏差不应超过最高浓度平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度分为五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不小于 0.7。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 2.0 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 400 mL 烧杯中加入 50 mL 水,慢慢加入 30 mL 盐酸(3.2),待试样完全溶解后,加入 2 滴过氧化氢(3.1),加热煮沸 3 min,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,以水定容,摇匀。

6.4.2 移取 20.00 mL 试液(6.4.1)于 4 个 50 mL 容量瓶中,第一份不加钾、钠标准溶液,第二份加入 1.0 mL 钾、钠标准溶液(3.4),第三份加入 2.0 mL 钾、钠标准溶液(3.4),第四份加入 4.0 mL 钾、钠标准溶液(3.4),分别以水定容。

6.4.3 将空白试验(6.3)和试液(6.4.2)在原子吸收光谱仪上波长 766.5 nm 和 589.2 nm 处,以空气-乙炔火焰分别测定钾、钠的吸光值。用外推法求出钾、钠的含量。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算钾、钠的质量分数(%):

$$w(K,Na) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0 V} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——标准外推法求出的钾量、钠量,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

钾的质量分数/%:	0.005 2	0.009 5	0.011	0.019
重复性限 r /%:	0.000 5	0.000 9	0.001	0.002
钠的质量分数/%:	0.003 1	0.006 2	0.013	0.021
重复性限 r /%:	0.000 3	0.000 4	0.001	0.002

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

钾(钠)的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.010 0	0.001 8
>0.010 0~0.020 0	0.002 0

9 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。
