



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.1~13748.10—92

镁及镁合金化学分析方法

Methods for chemical analysis
of magnesium and magnesium alloys

1992-11-05发布

1993-06-01实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

镁及镁合金化学分析方法

邻二氮杂菲分光光度法测定铁量

GB/T 13748.5—92

Magnesium and its alloys—
Determination of iron content—
Orthophenanthroline spectrophotometric method

本标准等效采用国际标准 ISO 792—1973《镁和镁合金——铁量的测定——邻二氮杂菲分光光度法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镁及镁合金中铁含量的测定方法。

本标准适用于镁及镁合金中铁含量的测定。测定范围¹⁾: 0.01%~0.1%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料以盐酸溶解,用盐酸羟胺还原铁,在 pH3.5~4.5 乙酸盐缓冲介质中,二价铁与邻二氮杂菲显色,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

锌的干扰加入过量的邻二氮杂菲消除;锆的影响用延长显色时间消除。

4 试剂

4.1 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 盐酸羟胺(10 g/L)。

4.4 缓冲溶液:称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),用 500 mL 水溶解,过滤后,加入 240 mL 乙酸(ρ 1.05 g/mL),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.5 硼酸饱和溶液。

4.6 邻二氮杂菲溶液(10 g/L)。

4.6.1 称取 5 g 邻二氮杂菲($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶解于温水中,冷却,以水稀释至 500 mL,混匀。

采用说明:

1) 国际标准 ISO 792—1973 测定范围:0.002%~0.05%。

4.6.2 称取 5 g 邻二氮杂菲($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$)溶解于乙醇(95%)中,并以乙醇(95%)稀释至 500 mL,混匀。

4.7 铁标准贮存溶液。

4.7.1 称取 1.755 6 g 硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ (基准物质)于 100 mL 烧杯中,用少量水和 20 mL 盐酸(4.2)溶解。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中。以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 250 μ g 铁。

4.7.2 称取 0.357 5 g 预先在 600°C 灼烧过的纯三氧化二铁于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(4.2),加热至完全溶解,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 250 μ g 铁。

4.8 铁标准溶液:移取 50.0 mL 铁标准贮存溶液(4.7.1 或 4.7.2)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 μ g 铁(用时现配)。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.250 0 g 试样。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 200 mL 聚乙烯烧杯中,盖上表皿。加入 5 mL 水,分次加入总量为 6 mL 盐酸(4.2),待剧烈反应停止后,加热至完全溶解。在水浴上蒸发至糊状(试料液量约为 4 mL,空白约为 0.2 mL)。

注:含铝的镁合金试料,如有不溶性残渣,加 1 滴氢氟酸(4.1)溶解。

6.3.2 加入 10 mL 水,冷却。若浑浊则过滤,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 50 mL。

注:含铝的镁合金试料,加入 25 mL 硼酸饱和溶液(4.5)。

6.3.3 加入 4 mL 盐酸羟胺溶液(4.3),15 mL 缓冲溶液(4.4)和 10 mL 邻二氮杂菲溶液(4.6),以水稀释至刻度,混匀,放置 1 h。

6.3.4 将部分溶液(6.3.3)移入 1 cm 吸收皿中,以空白试验(6.2)的溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0.1.00,3.00,5.00,7.00,9.00,11.0 mL 铁标准溶液(4.8)于一组 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 50 mL。以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入 1 cm 吸收皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算铁的百分含量:

$$Fe(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

GB/T 13748.5—92

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的铁的质量， μg ；

m_c ——试料的质量，g。

8 允许差¹⁾

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

铁含量	允许差
0.010~0.020	0.004
>0.020~0.040	0.006
>0.040~0.100	0.008

采用说明：

1) 国际标准无允许差。

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由东北轻合金加工厂、郑州轻金属研究院负责起草。

本标准由抚顺铝厂起草。

本标准主要起草人宫本亭。

自本标准实施之日起，原冶金工业部标准 YB 903—78《变形镁合金化学分析方法》、YB 87—76《镁化学分析方法》作废。