



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.7—2005
代替 GB/T 13748.3—1992

镁及镁合金化学分析方法 锆含量的测定 二甲苯酚橙分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of zirconium content
—Xylenol orange 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
中国国家标准化管理委员会 发布

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)。
- 重新起草了铭天青 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)、铍(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

GB/T 13748.7—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 7 部分。

本部分是对 GB/T 13748.3—1992 的修订,与 GB/T 13748.3—1992 相比,做了如下修订:

——测定范围由 0.1%~0.7%扩展为 0.100%~1.000%;

——高氯酸浓度由 5.0 mol/L 改为 6.5 mol/L;

——修改了锆标准贮存溶液的标定方法;

——吸收波长由原来的 540 nm 改为 535 nm。

本部分代替 GB/T 13748.3—1992。

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。

本部分主要起草人:张元克、路霞、路培乾。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13748.3—1992。

镁及镁合金化学分析方法

锆含量的测定

二甲苯酚橙分光光度法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中锆含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中锆含量的测定。测定范围:0.100%~1.000%。

2 方法提要

试剂用盐酸和氢氟酸分解,加入高氯酸除去氟离子。以高氯酸调整酸度,加入二甲苯酚橙与锆生成红色络合物,于分光光度计波长 535 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.69 g/mL)。

3.4 高氯酸[$c(\text{HClO}_4)=6.5 \text{ mol/L}$]:移取 275 mL 高氯酸(3.3)以水稀释至 500 mL,混匀(需要时标定)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 二甲苯酚橙溶液(1 g/L):过滤,贮存于棕色瓶中。

3.7 苦杏仁酸溶液(150 g/L):过滤备用。

3.8 洗涤液:1 000 mL 溶液中含有 20 mL 盐酸(3.1)及 50 g 苦杏仁酸,加热溶解后,过滤备用。

3.9 锆标准贮存溶液,按 3.9.1 配制和 3.9.2 标定。

3.9.1 配制:称取 1.77 g 氧氯化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)置于 300 mL 烧杯中,加入 100 mL 水及 166 mL 盐酸(3.5)溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 约含 1 mg 锆。

3.9.2 标定:移取 50.00 mL 锆标准贮存溶液(3.9.1)于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.1),加热至沸,加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(3.7),充分搅拌,放置于 80℃ 的恒温水浴锅中保温 30 min,取出冷却,用中速滤纸过滤,用洗涤液洗净烧杯,将沉淀全部转移到滤纸上,用洗涤液洗涤沉淀 6~8 次,将滤纸及沉淀物一同放入预先恒重的 30 mL 带盖铂坩埚中(质量为 m_0),烘干,炭化后,放入 700℃ 马弗炉(4.2)中灰化 20 min,取出再放入 1 000℃ 高温炉中灼烧 2 h~3 h,取出,置于干燥器中冷却,称量。重复灼烧至恒量(质量为 m_1)。

按公式(1)计算锆标准贮存液中锆的质量浓度:

$$\rho(\text{Zr}) = \frac{0.7403 \times (m_1 - m_0)}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho(\text{Zr})$ ——锆的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

0.7403——二氧化锆换算为锆的系数;

m_1 ——灼烧后铂坩埚加沉淀的质量,单位为毫克(mg);

GB/T 13748.7—2005

m_0 ——预先恒重的铂坩埚质量,单位为毫克(mg);

V ——移取的锆标准贮存溶液体积,单位为毫升(mL)。

3.10 锆标准溶液:根据标定结果(3.9.2)移取适量锆标准贮存溶液(3.9.1)于500 mL容量瓶中,加入80 mL盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含40 μg 锆。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 马弗炉;1 000 $^{\circ}\text{C}$ \pm 20 $^{\circ}\text{C}$ 。

5 试样

厚度不大于1 mm的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试样(5),精确至0.000 1 g。

表 1

锆的质量分数/%	试料质量/g
0.100~0.500	0.5
>0.500~1.000	0.25

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250 mL三角烧杯中,盖上表皿。缓慢加入10 mL盐酸(3.5),加入1滴高氯酸(3.2),加热至试料完全溶解。加入20 mL高氯酸(3.3),加热蒸发至白色浓烟聚集在烧杯口部,继续冒烟3 min,取下冷却。加入约50 mL水使盐类完全溶解,冷却,移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 移取5.00 mL溶液(6.4.1)于100 mL容量瓶中,加入10.0 mL高氯酸(3.4),混匀,加入5.0 mL二甲苯酚橙溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 将部分溶液(6.4.2)移入1 cm吸收池中,以空白试验溶液(6.3)为参比,于分光光度计波长535 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的锆量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00 mL锆标准溶液(3.10),分别置于一组100 mL容量瓶中,加入10.0 mL高氯酸(3.4),混匀,加入5.0 mL二甲苯酚橙溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)移入1 cm吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长535 nm处测量其吸光度。以锆的含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(2)计算锆的质量分数(%):

$$w(\text{Zr}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铅量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——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,在以下给出的平均值范围内,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:

铅的质量分数/%:	0.106	0.426	0.852
重复性限 r /%:	0.005	0.007	0.012

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

铅的质量分数/%	允许差/%
0.100~0.400	0.015
>0.400~1.000	0.025

9 质量保证和控制

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。