



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.8—2005  
代替 GB/T 13748.4—1992

---

## 镁及镁合金化学分析方法 稀土含量的测定 重量法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys  
—Determination of rare earth content  
—Gravimetric method

(NEQ ISO 2355:1972)

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)、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. 8—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 8 部分。

GB/T 13748—1992 中规定了铈含量的测定方法,但没有规定稀土总含量的测定方法,国际标准中有镁及镁合金中稀土总含量的测定方法,随着我国镁加工业的不断发展,各种稀土镁合金不断出现,有必要制定镁合金中稀土总含量的测定方法。

本部分非等效采用国际标准 ISO 2355:1972《镁及镁合金化学分析—稀土含量的测定—重量法》。

本部分代替 GB/T 13748. 4—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。

本部分由西南铝业集团有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:李跃平、石磊、张树朝、张炜华。

本部分主要验证人:陈雄立、邓兰洪。

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. 4—1992。

# 镁及镁合金化学分析方法

## 稀土含量的测定

### 重量法

#### 1 范围

本部分规定了镁合金中稀土含量的测定方法。

本部分适用于不含钍元素的镁合金中稀土含量的测定。测定范围:0.20%~10.00%。

#### 2 方法提要

试料用盐酸溶解,用氨水沉淀锆,在氨介质中用癸二酸初步沉淀稀土元素,溶解两种沉淀物,以稀土草酸盐的形式再沉淀。灼烧稀土元素的氧化物并称量。

#### 3 试剂

3.1 氯化铵。

3.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.3 过氧化氢( $\rho$ 1.10 g/mL)。

3.4 氨水(1+1)。

3.5 氨水(1+4)。

3.6 氨水(1+49)。

3.7 硝酸-过氧化氢溶液:在150 mL水中加入30 mL硝酸( $\rho$ 1.40 g/mL),30 mL过氧化氢(3.3),混匀。

3.8 草酸饱和溶液:称取150 g草酸溶于1 000 mL热水中,待冷却后,过滤。

3.9 草酸洗涤液:移取70 mL草酸饱和溶液(3.8),用水稀释至500 mL。

3.10 癸二酸溶液(50 g/L):称取50 g癸二酸溶于400 mL氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)中,加300 mL水,过滤,用水稀释至1 000 mL,混匀。贮于聚乙烯瓶中。

3.11 溴酚蓝溶液(4 g/L):称取0.4 g溴酚蓝放入研钵中,加入8.25 mL氢氧化钠溶液(5 g/L),研磨直到完全溶解,用水稀释至100 mL,混匀。

#### 4 仪器

4.1 高温炉:1 000℃ $\pm$ 20℃。

4.2 酸度计。

#### 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0.0001 g。

表 1

稀土的质量分数/%	试料质量/g	盐酸(3.2)体积/mL
0.20~2.00	3.0	25.5
>2.00~5.00	2.0	17.0
>5.00~10.00	1.0	8.5

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)放入 400 mL 烧杯中,加入 75 mL 水,盖上表皿,分次加入盐酸(3.2),待反应停止后,加热煮沸几分钟,如仍有残渣,可用中速滤纸过滤,用热水洗烧杯和沉淀 4~5 次,弃去沉淀。将滤液稀释或蒸发至体积约 100 mL,冷却。

注:在分析含银的合金时,过滤前先用少量纤维纸浆铺在滤纸上。

6.3.2 往溶液中加入 3 滴溴酚蓝指示剂(3.11),用氨水(3.5)调整溶液恰变蓝色,在电炉上加热至沸,取下烧杯,放置 5 min,并不时搅拌,用快速滤纸过滤;并用沸水充分洗涤沉淀,使滤液体积不大于 250 mL,此溶液为滤液 A。保留此溶液。用 10 mL 煮沸的硝酸-过氧化氢溶液(3.7)分次溶解滤纸上的沉淀于原烧杯中,用热水洗涤滤纸 5~6 次,把体积蒸发到大约 25 mL,此溶液为滤液 B,保留此溶液。

6.3.3 在滤液 A 中加入 10 g 氯化铵(3.1),先用氨水(3.4),再用氨水(3.5),在酸度计(4.2)上调整溶液的 pH 值为 8.5,再过量 10 mL 氨水溶液(3.5)。在电炉上加热到 90℃,取下,边搅拌边加入 20 mL 癸二酸溶液(3.10)放置 15 min,其间不时搅拌,用中速滤纸过滤,用氨水洗液(3.6)充分洗涤,如有锌存在时再用 20 mL 氨水(3.4)洗一次沉淀。把带有沉淀的滤纸放入预先在 950℃ 灼烧并恒重过的瓷坩埚里,于 500℃ 以下灰化后,在 750℃~800℃ 高温炉中灼烧 30 min,取出冷却。

6.3.4 将坩埚内氧化物用水洗到盛有滤液 B 的烧杯中,加热溶液,滴加数滴过氧化氢(3.3)使稀土氧化物溶解,取下烧杯,用水冲洗杯壁,并稀释到 125 mL,边搅拌边慢慢加入 25 mL 饱和草酸溶液(3.8),把烧杯置于沸水浴中 30 min,取出在室温下放置 12 h(或静置过夜)。

6.3.5 用慢速滤纸过滤稀土草酸盐沉淀,用草酸洗涤液(3.9)充分洗涤沉淀,把沉淀和滤纸放入原坩埚中,在 500℃ 以下灰化完全后,移入 950℃ 高温炉(4.1)中灼烧约 60 min。取出,放入干燥器(用新活性氧化铝作干燥剂)中冷却,称量。重复灼烧至恒重。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算稀土元素的质量分数(%):

$$w(\text{RE}) = \frac{0.832 \times m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

0.832——稀土元素与其氧化物的换算系数;

$m_1$ ——稀土氧化物的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

注:单个稀土的氧化物换算成稀土元素,应用下列系数:La,0.852 7, Ce,0.814 1, Pr,0.827 7, Nd,0.857 4, Pr+Nd,0.853, Y,0.787 4。当单个稀土元素的比例有变化时,混合稀土的换算系数 F 稍有改变。

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( $r$ )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:

稀土的质量分数/%:	0.198	2.94	4.95	9.95
重复性限 $r$ /%:	0.024	0.14	0.16	0.18

## 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

稀土的质量分数/%	允许差/%
0.20~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05
>1.00~2.50	0.10
>2.50~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.35

## 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。