



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.9—2005

代替 GB/T 13748.5—1992、GB/T 4374.2—1984

镁及镁合金化学分析方法 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of iron content
—Orthopenanthroline spectrophotometric method

(NEQ ISO 792:1973)

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)。
- 重新起草了锆天青 S-氯化十四烷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、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。

GB/T 13748.9—2005

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 9 部分。

本部分是对 GB/T 13748.5—1992 的修订,与 GB/T 13748.5—1992 相比,测定范围由 0.01%~0.1%扩展为 0.001 0%~1.00%;称样量、允许差及其他相关部分作了相应修改。

本部分非等效采用国际标准 ISO 792:1973《镁及镁合金 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法》。

本部分与 GB/T 4374.2—1984《镁粉和铝镁合金粉化学分析方法 1,10-二氮杂菲光度法测定铁量》合并修订。

本部分代替 GB/T 13748.5—1992 和 GB/T 4374.2—1984。

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。

本部分由抚顺铝厂起草。

本部分主要起草人:计春雷、方颖、徐铁玲。

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 13748.5—1992、GB/T 4374.2—1984。

镁及镁合金化学分析方法

铁含量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中铁含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中铁含量的测定。测定范围:0.001 0%~1.00%。

2 方法提要

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,二价铁离子与邻二氮杂菲显色,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;锆的影响通过延长显色时间消除。

3 试剂

3.1 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸羟胺(10 g/L)。

3.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: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。

3.5 邻二氮杂菲溶液(10 g/L)。

3.6 铁标准贮存溶液:按下述方法之一制备。

3.6.1 称取 1.755 6 g 硫酸亚铁胺 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (基准物质)于 100 mL 烧杯中,加入少量水和 20 mL 盐酸(3.2)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 μg 铁。

3.6.2 称取 0.357 5 g 预先在 600 $^\circ\text{C}$ 下灼烧过的纯三氧化二铁 $[w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.9\%]$ 于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.2),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 μg 铁。

3.7 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.6.1 或 3.6.2)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 μg 铁。

3.8 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准溶液(3.7)于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铁(用时现配)。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.0 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

GB/T 13748.9—2005

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

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 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20 mL盐酸(3.2),待剧烈反应停止后,加热至完全溶解。在水浴上蒸发至糊状(试液量约为10 mL,空白试验约为0.5 mL),取下,冷却。

注:含锆的镁合金试料,如有不溶性残渣,加1滴氢氟酸(3.1)溶解。

6.4.2 将溶液按表1移入容量瓶中(如混浊需过滤)以水稀释至刻度,混匀,根据试样中铁含量的不同分别按下述操作:

铁的质量分数在0.001%~0.01%时,将试液全部移入100 mL容量瓶中,以水稀释至约50 mL,混匀。

铁的质量分数在>0.01%~1.00%时,按表1移取部分溶液于100 mL容量瓶中,以水稀释至约50 mL,混匀。

表1

铁的质量分数/%	试液总体积/mL	移取试液体积/mL	吸收池厚度/cm
0.001 0~0.005	100	全部	5
>0.005~0.010	100	全部	3
>0.010~0.100	100	25.00	1
>0.100~0.500	200	10.00	1
>0.500~1.00	200	5.00	1

6.4.3 加入4 mL盐酸羟胺溶液(3.3),15 mL缓冲溶液(3.4)和10 mL邻二氮杂非溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀,放置1 h。

6.4.4 将部分溶液(6.4.3)移入相应的吸收池中,以空白试验(6.3)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。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 铁的质量分数为0.001 0%~0.005%时:

移取0,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL铁标准溶液(3.8),分别置于一组100 mL容量瓶中,以水稀释至约50 mL,以下按6.4.3进行。

铁的质量分数为>0.005%~0.010%时:

移取0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL铁标准溶液(3.7),分别置于一组100 mL容量瓶中,以水稀释至约50 mL,以下按6.4.3进行。

铁的质量分数为>0.010%~1.00%时:

移取0,1.00,3.00,5.00,7.00,9.00,11.00 mL铁标准溶液(3.7),分别置于一组100 mL容量瓶中,以水稀释至约50 mL,以下按6.4.3进行。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)移入相应的吸收池中,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(1)计算铁的质量分数(%):

$$w(\text{Fe}) = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,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。

铁的质量分数/%: 0.0040 0.028 0.100 0.422 0.984

重复性限 r /%: 0.0004 0.003 0.008 0.013 0.021

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

铁的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.007 5	0.001 0
>0.007 5~0.010 0	0.002 0
>0.010~0.020	0.004
>0.020~0.040	0.006
>0.045~0.080	0.008
>0.080~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.250~0.500	0.020
>0.500~0.750	0.030
>0.75~1.00	0.04

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,应查找出原因。纠正错误后,重新进行校核。