



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)。
- 重新起草了铬天青 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铅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山。

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

试料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);