



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.6—2005

镁及镁合金化学分析方法 银含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of silver content
—Flame atomic absorption 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 13748.6—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 6 部分。

GB/T 13748—1992 中没有镁合金中银含量的测定方法。国际标准中也没有相应的测定方法。但部分镁合金中,银作为一种主元素而存在,因此需要制定镁合金中银的测定方法。

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。

本部分由洛阳铜加工集团有限责任公司、抚顺铝厂参加起草。

本部分主要起草人:张炜华、张树朝、石磊、张爱芬。

本部分主要验证人:高钰、冯颖新、张敏。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

镁及镁合金化学分析方法

银含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了镁合金中银含量的测定方法。

本部分适用于镁合金中银含量的测定。测定范围:1.00%~3.00%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,在低酸性溶液中,加入硫脲络合银。于原子吸收光谱仪上波长 328.1 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,测量银的吸光度。

3 试剂

3.1 镁:[$w(\text{Mg}) \geq 99.9\%$,不含银]。

3.2 硫脲溶液(50 g/L)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 银标准贮存溶液:按下述方法之一制备。

3.4.1 称取 0.200 0 g 金属银[$w(\text{Ag}) \geq 99.9\%$]置于 500 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),加热溶解完全后,继续加热煮沸以除去氮的氧化物,冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.4.2 称取 1.5748 g 基准硝酸银溶于 100 mL 水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.5 银标准溶液:移取 25.00 mL 银标准溶液(3.4.1 或 3.4.2)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 银。

3.6 镁基体溶液(1 mg/mL):称取 1.000 0 g 镁(3.1)置于 500 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 水,缓慢加入 10 mL 硝酸(3.3),待反应缓慢时,再加入 10 mL 硝酸(3.3),低温加热至全部溶解,用水冲洗杯壁,煮沸,取下冷却至室温。转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度:用高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光值与最低段的吸光值之比,应不小于 0.7。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。