



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.9—2013
代替 GB/T 13748.9—2005

镁及镁合金化学分析方法 第9部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 9: Determination of iron content—
Orthopenanthroline spectrophotometric method

(ISO 792:1973, Magnesium and magnesium alloys—
Determination of iron—Orthopenanthroline photometric method, NEQ)

2013-09-06 发布

2014-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

镁及镁合金化学分析方法

第 9 部分:铁含量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

GB/T 13748.9—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:010-51780168

010-68522006

2013 年 11 月第一版

*

书号: 155066·1-47686

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：铝含量的测定；
- 第 2 部分：锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法；
- 第 3 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第 5 部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：锆含量的测定；
- 第 8 部分：稀土含量的测定 重量法；
- 第 9 部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 10 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 11 部分：铍含量的测定 依莱铬氰蓝 R 分光光度法；
- 第 12 部分：铜含量的测定；
- 第 13 部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第 15 部分：锌含量的测定；
- 第 16 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第 19 部分：钛含量的测定 二安替比啉甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：ICP-AES 测定元素含量；
- 第 21 部分：光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量；
- 第 22 部分：钪含量的测定。

本部分为 GB/T 13748 的第 9 部分。

本次对有采标对象的第 1 部分、第 4 部分、第 7 部分、第 8 部分、第 9 部分、第 10 部分、第 12 部分、第 14 部分、第 15 部分 9 个部分进行修订。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 13748.9—2005《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》。

本部分与 GB/T 13748.9—2005 相比，主要技术变化如下：

- 修改 6.5.2 为“……以试剂空白溶液(不加铁标准溶液者)为参比……”。
- 修改表 2 中“铁的质量分数/%”一栏中“>0.045~0.080”为“>0.040~0.080”。
- 增加了“实验报告”的要求；
- 删除了“质量保证和控制”的要求。

本部分使用重新起草法参考 ISO 792:1973《镁及镁合金 铁的测定 邻菲罗啉光度法》，与 ISO 792:1973 一致性程度为非等效。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：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。

GB/T 13748.9—2013

本部分起草单位：东北轻合金有限责任公司、抚顺铝业有限公司。

本部分起草人：周兵、刘沙、张万金、计春雷、方颖、徐铁玲、纪艳丽、董晓林。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748.9—1992、GB/T 13748.9—2005；

——GB/T 4374.2—1984。

镁及镁合金化学分析方法

第9部分:铁含量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

GB/T 13748的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~pH4.5 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 510 nm 处测量其吸光度,借此测定铁含量。

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($\rho=1.14$ 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($\rho=1.05$ 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 铁标准贮存液(250 $\mu\text{g}/\text{mL}$),按下述方法之一制备。

3.6.1 称取 1.755 6 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (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 $[\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.9\%]$ 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(25 $\mu\text{g}/\text{mL}$):移取 50.00 mL 铁标准贮存液(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(5 $\mu\text{g}/\text{mL}$):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。