



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.4—2005
代替 GB/T 13748.2—1992

镁及镁合金化学分析方法 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of manganese content
—Periodate spectrophotometric method

(NEQ ISO 2353:1972、ISO 809:1973、ISO 810:1973)

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 13748.4—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 4 部分。

本部分包括方法一、方法二和方法三。

本部分方法一非等效采用 ISO 2353:1972《镁及镁合金—含锆、稀土、钍、银的镁合金中锰含量的测定—高碘酸盐光度法》,是对 GB/T 13748.2—1992《镁及镁合金化学分析方法—高碘酸盐分光光度法测定锰量》第一篇的修订,测定范围由 0.1%~2.7%修订为 0.050%~2.70%,ISO 2353:1972 测定范围为 0.002%~0.2%。

本部分方法二非等效采用 ISO 809:1973《镁及镁合金—介于 0.01%~0.8% 锰含量的测定—高碘酸盐光度法》,是对 GB/T 13748.2—1992《镁及镁合金化学分析方法—高碘酸盐分光光度法测定锰量》第二篇的重新确认,经试验铜元素不干扰测定,并进行了编辑性整理。

GB/T 13748—1992 没有锰含量小于 0.01%的测定方法。国际标准 ISO 810:1973 规定了锰含量小于 0.01%的测定方法。根据我国原生镁锭的实际质量水平,制定了方法三。方法三非等效采用 ISO 810:1973《镁及镁合金—小于 0.01% 锰含量的测定—高碘酸盐光度法》,主要不同之处有:

- 将 ISO 810:1973 中加入 0.05 g 过硫酸铵和 0.05 g 高碘酸钾改为加入 5 mL 硝酸;
- 将 ISO 810:1973 中加入 0.5 g 高碘酸钾改为加入 10 mL 高碘酸钾溶液(50 g/L);
- 将 ISO 810:1973 中在锥形瓶中溶样、在砂浴上加热和保温改为在烧杯中溶样,在电炉上加热和保温。

本部分代替 GB/T 13748.2—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。

本部分方法一和方法二由洛阳铜加工集团有限责任公司起草。

本部分方法三由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分方法三由洛阳铜加工集团有限责任公司参加起草。

本部分方法一主要起草人:夏庆珠、王惠、刘爱菊。

本部分方法二主要起草人:夏庆珠、王惠。

本部分方法三主要起草人:郭永恒、刘战伟、赵春芳。

本部分方法三主要验证人:杨晓丽、姚巧萍、阎国庆。

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 13748.2—1992。

镁及镁合金化学分析方法

锰含量的测定

高碘酸盐分光光度法

方法一

1 范围

本方法规定了镁合金(含 Zr、RE、Th 和 Ag)中锰含量的测定方法。

本方法适用于镁合金(含 Zr、RE、Th 和 Ag)中锰含量的测定。测定范围:0.050%~2.70%。

2 方法提要

试料以硫酸溶解,在氟硼酸及硝酸存在下,用高碘酸钾将锰(Ⅱ)氧化至锰(Ⅶ)。于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 高碘酸钾。

3.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL):煮沸 3 min~5 min 或通入二氧化碳气流以除去氮的氧化物。

3.3 硫酸(1+3)。

3.4 氟硼酸溶液(1+99):取 10 mL 氟硼酸(40%)用水稀释至 1 000 mL。

3.5 去还原剂的水:将分析用水加热煮沸,每升用 10 mL 硫酸(3.3)酸化,加少许高碘酸钾(3.1),继续煮沸约 10 min,冷却。

3.6 亚硝酸钠溶液(20 g/L):用时现配。

3.7 锰标准贮存溶液:按 3.7.1 或 3.7.2 制备。

3.7.1 取适量电解锰[$w(\text{Mn})\geq 99.9\%$]置于盛有 60 mL~80 mL 硫酸(3.3)和约 100 mL 水的烧杯中,摇动数分钟,弃去酸溶液,以水洗涤数次,再用丙酮清洗 1~2 次。在 100℃恒温箱中烘干约 2 min,置于干燥器中冷却。然后称取 1.000 0 g 电解锰于 400 mL 高形烧杯中,加 40 mL 硫酸(3.3)溶解。加约 80 mL 水煮沸数分钟,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 1 mg 锰。

3.7.2 称取 2.877 g 高锰酸钾置于 400 mL 高形烧杯中,用约 200 mL 水溶解,加入 40 mL 硫酸(3.3)、适量亚硫酸钠或过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)还原高锰酸,煮沸除去过量的二氧化硫或过氧化氢,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 1 mg 锰。

3.8 锰标准溶液:移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锰。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。