



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;铅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℃ 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: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。