



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.10—2005

代替 GB/T 13748.6—1992、GB/T 4374.3—1984

镁及镁合金化学分析方法 硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of silicon content
—Molybdenum blue spectrophotometric method

(NEQ ISO 1975:1973)

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)、钹(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、抚顺铝业、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 13748.10—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 10 部分。

本部分是对 GB/T 13748.6—1992 的修订,本次修订将测定范围扩展为 0.002 0%~1.50%,并进行了编辑性整理。经试验,Y、Zn、Ag、Li 及重稀土元素不干扰测定。

本部分非等效采用国际标准 ISO 1975:1973《镁及镁合金—硅含量的测定—还原硅钼酸络合物分光光度法》。本部分测定范围为 0.002 0%~1.50%,ISO 1975:1973 测定范围为 0.01%~0.6%。

本部分与 GB/T 4374.3—1984《镁粉和铝镁合金粉化学分析方法 钼蓝光度法测定硅量》合并修订。

本部分代替 GB/T 13748.6—1992 和 GB/T 4374.3—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。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人:董坚、王爱慈、臧慕文、李莉。

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 13748.6—1992、GB/T 4374.3—1984。

镁及镁合金化学分析方法

硅含量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中硅含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中硅含量的测定。测定范围:0.002 0%~1.50%。

2 方法提要

试料用溴水-硫酸溶解,氟化钾络合硅。在 pH1.0~1.5 时,硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸,在酒石酸存在下的高酸度硫酸介质中用抗坏血酸还原为硅钼蓝,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

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

3.2 溴水(饱和溶液)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 硫酸(2+5)。

3.5 氟化钾溶液(50 g/L)。

3.6 氨水(1+1)(高纯)。

3.7 硼酸饱和溶液。

3.8 钼酸铵溶液(100 g/L)。

3.9 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.10 抗坏血酸溶液(20 g/L,用时配制)。

3.11 硅标准贮存溶液:称取 0.214 0 g 二氧化硅(预先在 1 000℃ 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温)于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠,搅匀,上面再覆盖 1 g 无水碳酸钠,在 950℃ 熔融至透明,冷却。用热水浸出,加热至溶液透明,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,贮于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

3.12 硅标准溶液:移取 50.00 mL 硅标准贮存溶液(3.11)置于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μg 硅。

3.13 对硝基苯酚溶液(1 g/L)。

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

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

GB/T 13748.10—2005

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

按表 1 称取相应的镁(3.1)代替试料(6.1),随同试料做空白试验。

表 1

硅的质量分数/%	试料质量/g	加入硫酸体积/mL	定容体积/mL	分取体积/mL
0.002 0~0.008 0	0.5	5.0	—	—
>0.008 0~0.040	0.2	2.4	—	—
>0.040~0.20	0.2	2.4	100	20.00
>0.20~0.80	0.1	2.4	100	10.00
>0.80~1.50	0.1	2.4	250	10.00

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,盖上表皿,加入 15 mL 溴水(3.2),边冷却边按表 1 慢慢加入硫酸(3.4)。如果在溶样过程中溴的橙色消失或有残渣析出,应补加溴水(3.2),待试料完全溶解后,煮沸溶液至过量溴被除去。

6.4.2 用水稀释溶液至约 40 mL,冷却,加入 1 mL 氯化钾溶液(3.5),用塑料棒搅匀,在 60℃~70℃ 放置 15 min~20 min,然后加入 10 mL 硼酸饱和溶液(3.7),混匀,冷却。

硅质量分数小于 0.040% 时,将试液移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 60 mL。

硅质量分数大于 0.040% 时,按表 1 将试液移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。分取相应体积试液于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 60 mL。

6.4.3 加一滴对硝基苯酚溶液(3.13),用氨水(3.6)将溶液调至亮黄色,再用盐酸(3.3)调至无色并过量 1 mL。加入 5 mL 钼酸铵溶液(3.8),混匀,放置 10 min。

6.4.4 加入 5 mL 酒石酸溶液(3.9)、10 mL 硫酸(3.4)和 5 mL 抗坏血酸溶液(3.10),以水稀释至刻度,混匀,放置 15 min。

6.4.5 将部分溶液移入 1 cm~2 cm 吸收池中,以随同试料的空白试验溶液(6.3)为参比,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0.1,0.0,2.0,4.0,6.0,8.0,10.0 mL 硅标准溶液(3.12),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入与试液相当量的镁空白溶液,以水稀释至约 60 mL,混匀。以下按 6.3.3~6.3.4 进行。

6.5.2 将部分溶液(6.4.1)移入 1 cm~2 cm 吸收池中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按公式(1)计算硅的质量分数(%):

$$w(\text{Si}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的硅量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

硅的质量分数/%:	0.003 7	0.067	1.500
重复性限 r /%:	0.000 3	0.003	0.046

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

硅的质量分数/%	允许差/%
0.002 0~0.005 0	0.000 7
>0.005 0~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.025 0	0.002 5
>0.025~0.050	0.004
>0.050~0.100	0.007
>0.100~0.150	0.010
>0.150~0.400	0.020
>0.400~1.000	0.040
>1.00~1.50	0.05

9 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。