



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.1~13748.10—92

镁及镁合金化学分析方法

Methods for chemical analysis
of magnesium and magnesium alloys

1992-11-05发布

1993-06-01实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

镁及镁合金化学分析方法
铝量测定

GB/T 13748.1-92

Magnesium and its alloys—
Determination of aluminium content

第一篇 8-羟基喹啉重量法

本标准等效采用国际标准 ISO 791-1973《镁合金——铝量的测定——8-羟基喹啉重量法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镁合金中铝含量的测定方法。

本标准适用于镁合金中铝含量的测定。测定范围:1.5%~12%。

本标准不适用于含锆、钍或稀土的镁合金。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料以盐酸和硝酸溶解,在还原性乙酸介质中,用苯甲酸铵沉淀铝,过滤分离。用盐酸、酒石酸溶解苯甲酸铝沉淀,在乙酸铵缓冲介质中或氰化钾存在下,用8-羟基喹啉沉淀铝,将沉淀过滤、洗净,干燥后称量。

4 试剂

4.1 亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。4.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。4.3 氨水($\rho 0.90 \text{ g/mL}$)。

4.4 氨水(1+3)。

4.5 盐酸(1+3)。

4.6 硝酸(3+1)。

4.7 乙酸溶液:100 mL 冰乙酸($\rho 1.05 \text{ g/mL}$)用水稀释至1 000 mL。4.8 混合溶液:50 g 盐酸羟胺和50 g 氯化铵用50 mL 冰乙酸($\rho 1.05 \text{ g/mL}$)及少量水溶解,冷却,用水稀释至1 000 mL。

4.9 苯甲酸铵溶液(100 g/L):100 g 苯甲酸铵溶于温水中,加0.001 g 麝香草酚,冷却后用水稀释至1 000 mL。

4.10 苯甲酸铵洗液:100 mL 苯甲酸铵溶液(4.9)用900 mL 水稀释,加20 mL 冰乙酸($\rho 1.05 \text{ g/mL}$)。

国家技术监督局1992-11-05批准

1993-06-01实施

混匀。

4.11 酒石酸溶液(500 g/L)。

4.12 8-羟基喹啉溶液(20 g/L):20 g 8-羟基喹啉溶于 80 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)中,用水稀释至 1 000 mL。用中速滤纸过滤,保存于棕色玻璃瓶中。

4.13 乙酸铵溶液(600 g/L)。

4.14 氰化钾溶液(200 g/L)。

4.15 溴酚蓝乙醇溶液(2.0 g/L)。

4.16 中性红乙醇溶液(0.5 g/L)。

5 仪器

坩埚式过滤器(孔隙度 3~15 μ m)。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

铝含量,%	试料,g	盐酸(4.2),mL
1.5~5	0.500 0	5
>5~12	1.000	10

6.2 测定

6.2.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 25 mL 水,按表 1 缓慢加入盐酸(4.2),加入 2 mL 硝酸(4.6),反应缓慢后,加热至完全溶解。如有残余物,用中速滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及残余物各 5~6 次,弃去残余物。合并主液和洗液,煮沸 1~2 min,冷却,用水稀释至约 50 mL。

铝含量大于 5%时,将试液移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移取 50.0 mL 于 250 mL 烧杯中。

6.2.2 于试液(6.2.1)中加入 40 mL 水、2~3 滴溴酚蓝乙醇溶液(4.15),用氨水(4.4)中和至溶液变为紫色,加入 20 mL 混合溶液(4.8),在搅拌下缓慢加入 20 mL 苯甲酸铵溶液(4.9),搅拌下加热至沸并保持微沸 5 min。用中速滤纸过滤,用煮沸的苯甲酸铵洗液(4.10)洗涤烧杯和沉淀各 8~10 次,弃去滤液。

6.2.3 将 50 mL 盐酸(4.5)和 10 mL 酒石酸溶液(4.11)混合,加热煮沸,分次将沉淀(6.2.2)溶于原烧杯中,用热水洗涤滤纸 8~10 次,洗涤液与主液合并,移入 400 mL 烧杯中。加入 1 g 亚硫酸钠(4.1),搅拌使其完全溶解。加数滴中性红乙醇溶液(4.16),用氨水(4.3)调至溶液恰变为黄色。

6.2.4 以下按 6.2.4.1 或 6.2.4.2 进行。

6.2.4.1 试液(6.2.3)用水稀释至约 200 mL,加热至约 70℃。用乙酸溶液(4.7)调节至红色,在搅拌下缓慢加入 40 mL 8-羟基喹啉溶液(4.12)和 50 mL 乙酸铵溶液(4.13),在约 70℃静置 30 min。

6.2.4.2 试液(6.2.3)用水稀释至约 250 mL,用乙酸溶液(4.7)调节至红色,在通风柜中加入 10 mL 氰化钾溶液(4.14),加热至约 70℃。在搅拌下缓慢加入 40 mL 8-羟基喹啉溶液(4.12),在约 70℃静置 30 min。

6.2.5 用在 130℃恒量的坩埚式过滤器过滤含沉淀的试液(6.2.4.1)或(6.2.4.2),用热水洗涤沉淀 6~8 次。在烘箱中于 130℃干燥至恒量,置于干燥器中,冷至室温后称量。

7 分析结果的计算及表述

按公式(1)计算铝的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = \frac{m_1 \times V_0 \times 0.05873}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——8-羟基喹啉铝的质量, g;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液的体积, mL;

0.05873——8-羟基喹啉铝换算为铝的因数;

m_0 ——试料的质量, g。

8 允许差¹⁾

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

%

铝含量	允许差
1.50~3.00	0.09
>3.00~5.50	0.12
>5.50~9.00	0.15
>9.00~12.00	0.20

第二篇 8-羟基喹啉分光光度法

9 主题内容与适用范围

本标准规定了镁合金中铝含量的测定方法。

本标准适用于镁合金(含镨、铈、钍或稀土)中铝含量的测定。测定范围:0.02%~0.3%。

10 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

11 方法原理

试料用盐酸溶解。在 pH9.5 的碳酸铵溶液中,以硫代乙醇酸作掩蔽剂,用苯萃取铝与苯甲酰苯胺生成的沉淀,用稀盐酸反萃取,使铝与干扰元素分离。再于 pH4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,用 8-羟基喹啉

采用说明:

1) ISO 791--1973 无允许差。

显色,于分光光度计波长 390 nm 处测量其吸光度。

12 试剂

12.1 三氯甲烷。

12.2 苯。

12.3 盐酸(1+1)。

12.4 盐酸(1+10)。

12.5 盐酸: $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$ 。

12.6 硫代乙醇酸溶液:取 20 mL 硫代乙醇酸(80%)加入 80 mL 水。

12.7 氨水(1+10)。

12.8 碳酸铵溶液(200 g/L),贮存于塑料瓶中。

12.9 苯甲酰苯胺(BPHA)乙醇溶液(20 g/L):溶解 2 g BPHA 于 100 mL 乙醇中。用时配制。

12.10 8-羟基喹啉溶液:5 g 8-羟基喹啉溶于 100 mL 乙酸溶液($c(\text{CH}_3\text{COOH})=2 \text{ mol/L}$)中,用中速滤纸过滤,保存于棕色玻璃瓶中。

12.11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:将等体积的无水乙酸钠溶液($c(\text{CH}_3\text{COONa})=2 \text{ mol/L}$)和乙酸溶液($c(\text{CH}_3\text{COOH})=2 \text{ mol/L}$)混合,并调节至 pH4.8。

12.12 铝标准贮存溶液:称取 1.000 g 纯铝置于聚乙烯塑料杯中,加入 20 mL 水及 3 g 氢氧化钠,待其溶解完全后,用盐酸(4.3)慢慢中和至出现沉淀并过量 20 mL,加热使其溶解(不断搅拌),冷却后,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 铝。

12.13 铝标准溶液:移取 50.0 mL 铝标准贮存溶液(12.12)置于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(12.3)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铝。

12.14 铝标准溶液:移取 50.0 mL 铝标准溶液(12.13)置于 500 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(12.3)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铝。

12.15 2,4-二硝基酚饱和溶液。

13 仪器

13.1 分光光度计。

13.2 酸度计。

13.3 振荡器。

14 分析步骤

14.1 试料

按表 3 称取试样。

表 3

铝含量, %	试料, g
0.02~0.05	0.300 0
>0.05~0.1	0.200 0
>0.1~0.3	0.100 0

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

GB/T 13748.1-92

14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于150 mL烧杯中,盖上表皿。加入10 mL盐酸(12.3),低温加热,待试料完全溶解后,取下冷却,将溶液移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

14.3.2 移取10.0 mL试液(14.3.1)置于100 mL分液漏斗中。

14.3.3 加入1 mL硫代乙醇酸溶液(12.6)、1滴2,4-二硝基酚饱和溶液(12.15),用碳酸铵溶液(12.8)调至黄色再过量5 mL,加水稀释至约30 mL。加入1 mL BPHA乙醇溶液(12.9),混匀,放置10 min。加入15 mL苯(12.2),振荡3 min,静置分层,弃去水相。加15 mL水洗涤有机相,振荡15 s,静置分层,弃去水相。加入15 mL盐酸(12.5)振荡3 min,静置分层。

14.3.4 将水相移入50 mL分液漏斗中,加1滴2,4-二硝基酚饱和溶液(12.15),用氨水(12.7)调至黄色,滴加盐酸(12.4)至黄色恰好消失,加入5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(12.11)、0.50 mL 8-羟基喹啉溶液(12.10),混匀,放置5 min。加入10.0 mL三氯甲烷(12.1)振荡3 min,静置分层,将有机相移入干燥的10 mL比色管中。

14.3.5 将部分溶液(14.3.4)移入1 cm吸收皿中,以空白试验(14.2)的溶液为参比,于分光光度计波长390 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铝量。

14.4 工作曲线的绘制

14.4.1 移取0.050,1.00,1.50,2.00,2.50 mL铝标准溶液(12.14)置于一组100 mL分液漏斗中,加水15 mL。以下按14.3.3、14.3.4条进行。

14.4.2 将部分溶液(14.4.1)移入1 cm吸收皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长390 nm处测量其吸光度。以铝量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

15 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算铝的百分含量:

$$Al(\%) = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铝的质量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

16 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4

%

铝含量	允许差
0.020~0.060	0.005
>0.060~0.150	0.010
>0.150~0.300	0.015

第三篇 铬天青 S 分光光度法

本标准参照采用国际标准 ISO 3255—1974《镁和镁合金——铝量的测定——铬天青 S 分光光度法》。

17 主题内容与适用范围

本标准规定了镁及镁合金中铝含量的测定方法。

本标准适用于镁及镁合金中铝含量的测定。测定范围:0.005%~0.3%。

本标准不适用于含铅、铍、钍或稀土的镁合金。

18 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

19 方法原理

试剂用盐酸溶解。在 pH5.5~5.6 的缓冲溶液中,加入铬天青 S 与铝生成紫红色络合物,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

铜、铁干扰分别用硫代硫酸钠、抗坏血酸掩蔽。

20 试剂

20.1 丙酮。

20.2 盐酸(1+1)。

20.3 盐酸(1+10)。

20.4 氨水(1+5)。

20.5 抗坏血酸溶液(10 g/L),用时配制。

20.6 硫代硫酸钠溶液(5 g/L)。

20.7 铬天青 S 溶液(0.2 g/L):称取 0.2 g 铬天青 S 于预先制备的乙醇溶液(1+1)中。并用同一乙醇溶液稀释至 1 000 mL,混匀。

20.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:164 g 无水乙酸钠溶于适量水,加 19 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL),用水稀释至 1 000 mL(pH=5.7)。

20.9 镁溶液(10 mg/mL):称取 1.0 g 金属镁(不含铝)于 250 mL 烧杯中,加 25 mL 盐酸(20.2)低温溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

20.10 铝标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铝(>99.9%)置于聚乙烯塑料杯中,加入 20 mL 水及 3 g 氢氧化钠,待其溶解完全后,用盐酸(20.2)缓慢中和至出现沉淀并过量 20 mL,加热使其溶解(不断搅拌),待溶液冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

20.11 铝标准溶液:移取 50.0 mL 铝标准贮存溶液(20.10)置于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(20.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铝。

20.12 铝标准溶液:移取 50.0 mL 铝标准溶液(20.11)于 500 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸(20.2)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铝。

20.13 2,4-二硝基酚饱和溶液。

21 仪器

分光光度计。

22 分析步骤

22.1 试料

按表 5 称取试样。

表 5

铝含量, %	试料, g	试液总体积, mL	盐酸(20.2), mL
0.005~0.01	1.000	100	25
>0.01~0.03	0.500 0	100	15
>0.03~0.08	0.200 0	100	10
>0.08~0.15	0.100 0	100	10
>0.15~0.3	0.100 0	200	10

22.2 空白试验

随同试料做空白试验。

22.3 测定

22.3.1 将试料(22.1)置于 300 mL 烧杯中, 盖上表皿。按表 5 加入盐酸(20.2), 低温加热至试料完全溶解后, 取下冷却, 按表 5 将试液移入容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

22.3.2 移取 10.0 mL 试液(22.3.1)置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至约 30 mL。

22.3.3 加入 2 滴 2,4-二硝基酚饱和溶液(20.13), 用氨水(20.4)调节至溶液呈黄色, 滴加盐酸(20.3)使黄色恰好消失, 加入 5 mL 抗坏血酸溶液(20.5)、5 mL 硫代硫酸钠溶液(20.6)、10 mL 铬天青 S 溶液(20.7)、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(20.8)和 2 mL 丙酮(20.1)(每加一种试剂均需混匀), 以水稀释至刻度, 混匀。

22.3.4 将部分溶液(22.3.2)移入 1 cm 吸收皿中, 以空白试验(22.2)的溶液为参比, 于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铝量。

22.4 工作曲线的绘制

22.4.1 移取 0, 0.20, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 mL 铝标准溶液(20.12)于一组 100 mL 容量瓶中, 加入与测定试液的基体相一致的镁量的镁溶液(20.9), 用水稀释至约 30 mL。以下按 22.3.3 条进行。

22.4.2 将部分溶液(22.4.1)移入 1 cm 吸收皿中, 以补偿溶液(不加铝标准溶液)为参比, 于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。以铝量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

23 分析结果的计算与表述

按公式(3)计算铝的百分含量:

$$Al(\%) = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的铝的质量， μg ；

V_0 ——试液总体积，mL；

V_1 ——分取试液体积，mL；

m_0 ——试料的质量，g。

24 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 6 所列允许差。

表 6

%

铝 含 量	允 许 差
0.005 0~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.030 0	0.002 5
>0.030 0~0.050	0.005
>0.050~0.100	0.008
>0.100~0.300	0.015

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由东北轻合金加工厂、郑州轻金属研究院负责起草。

本标准由西南铝加工厂起草第一篇，北京有色金属研究总院起草第二篇、第三篇。

本标准主要起草人杨连池、姜琳起草第一篇方法一，汪修芬起草第二、第三篇。

本标准自实施之日起，原冶金工业部标准 YB 903—78《变形镁合金化学分析方法》及 YB 87—76《镁化学分析方法》作废。