



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.13—2005

镁及镁合金化学分析方法 铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of lead content
—Flame atomic absorption spectrophotometric method

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)。
- 重新起草了铭天青 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. 13—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 13 部分。

GB/T 13748—1992 中无铅的测定方法,但新的原生镁锭产品标准中规定了铅含量的要求,因此制定了火焰原子吸收光谱法测定铅含量。

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负责归口。

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。

本部分由东北轻合金有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院参加起草。

本部分主要起草人:臧慕文、王爱慈、刘英、童坚。

本部分主要验证人:李文志、石磊、施立新、张炜华。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

镁及镁合金化学分析方法

铅含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中铅含量的测定方法。

本部分适用于镁中铅含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.010%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解。以氢氧化铁作载体、共沉淀分离富集铅。在盐酸介质中,以空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,测量铅的吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(1+1):优级纯。

3.2 氨水(1+1):优级纯。

3.3 铁溶液(1 mg/mL):称取 0.484 g 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),加入 5 mL 盐酸(3.1),以水溶解并稀释至 100 mL。

3.4 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。

3.5 氨-氯化铵缓冲溶液(pH9):称取 135 g 氯化铵,以 500 mL 水溶解,加入 48 mL 氨水(3.2),以水稀释至 1 000 mL。

3.6 氨-氯化铵洗液:10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(3.5),以水稀释至 500 mL。

3.7 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铅[$w(\text{Pb}) \geq 99.9\%$],置于 400 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸(1+2),溶解后,加热除去氮的氧化物,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.8 铅标准溶液:移取 25.00 mL 铅标准贮存溶液(3.7)置于 250 mL 容量瓶中,加入 1 mL 盐酸(3.1),用水定容,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件和标尺扩展下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.23 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密性:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%~1.5%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

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。

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

随同试料(6.1)作空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中,加入约 5 mL 水,按表 1 分次加入盐酸(3.1),剧烈反应后,加热使试料完全溶解,冷却。

表 1

铅的质量分数/%	试料质量/g	盐酸(3.1)体积/mL
0.001 0~0.005 0	2.5	35
>0.005 0~0.010	2.0	30

6.4.2 加入 4 mL 铁溶液(3.3)用水稀释至约 50 mL。加入 4 滴酚酞乙醇溶液(3.4),搅拌下,加入氨水(3.2)至溶液呈紫红色,再过量 1 mL。加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(3.6),放置 2 h。

6.4.3 用中速定量滤纸过滤,以氨-氯化铵洗液(3.6)洗涤沉淀 4 次。用 5 mL 热盐酸(3.1)分次完全溶解沉淀,溶液盛于 25 mL 容量瓶中,以水定容。

6.4.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,以水调零,与相应的系列标准溶液同时测量铅的吸光度,减去空白试验(6.3)溶液的吸光度,从工作曲线上查得相应的铅的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0,0.25,0.50,1.00,1.50,2.00,2.50 mL 铅标准溶液(3.8),分别置于 6 个 25 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.1),用水定容。

使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去“零”浓度溶液的吸光度,以铅的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算铅的质量分数(%):

$$w(\text{Pb}) = \frac{\rho \times V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的铅的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

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:

铅质量分数/%:	0.000 96	0.004 8	0.009 7
重复性限 r /%:	0.000 23	0.000 4	0.000 7

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

铅的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.005 0	0.000 5
>0.005~0.010	0.001

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。
