



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.2—2005

镁及镁合金化学分析方法 锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of tin content
—Pyrocatechol violet 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 发布
中国国家标准化管理委员会

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

GB/T 13748.2—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。

 美析仪
MACY INSTRUMENTS
业光度计系列生产厂
://www.macylab.com TEL:400-616-

前 言

GB/T 13748—2005 共分为 19 部分,本部分为第 2 部分。

GB/T 13748—1992《镁及镁合金化学分析方法》中没有锡含量的测定方法,对应的国际标准 ISO 中也没有锡含量的测定方法。但原生镁锭在贸易中有时需要测定锡含量,因此制定了邻苯二酚紫分光光度法测定原生镁锭中的锡含量。

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。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分由北京有色金属研究总院、东北轻合金加工有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:石磊、李跃平、张树朝、仓向辉。

本部分主要验证人:颜广昊、李文志、施立新。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

美析仪

MACY INSTRUMENTS

业光度计系列生产厂

//www.macylab.com TEL:400-616-

镁及镁合金化学分析方法

锡含量的测定

邻苯二酚紫分光光度法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中锡含量的测定方法。

本部分适用于原生镁锭中锡含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.010 0%。

2 方法提要

试料用硝酸分解。在氯化铵存在下,加入铁盐,用氢氧化钠溶液调节溶液 pH7~pH8 共沉淀锡分离镁,然后用硫酸溶解沉淀。在硫酸-柠檬酸介质中,锡(IV)与邻苯二酚紫和溴化十六烷基三甲铵形成绿色络合物,于分光光度计 662 nm 处,测量其吸光度。

铁(III)的干扰用抗坏血酸还原至低价消除。

3 试剂

3.1 氯化铵:优级纯。

3.2 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 硫酸(1.0 mol/L):100 mL 含 2~3 滴过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.6 硫酸-柠檬酸混合酸:称取 25.0 g 柠檬酸溶于 400 mL 水中,缓慢加入 30 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL),用水稀释至 500 mL,混匀。

3.7 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.8 抗坏血酸溶液(20 g/L):用时配制。

3.9 邻苯二酚紫(PV)溶液(0.2 g/L)。

3.10 溴化十六烷基三甲铵(CTMAB)溶液(0.3 g/L):称取 0.15 g CTMAB 溶于 350 mL 无水乙醇中,用水稀释至 500 mL,混匀。

3.11 铁溶液(1 g/L):称取 0.484 g 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中,加 6 mL 盐酸(1+1),用水溶解稀释至 100 mL,混匀。

3.12 氯化铵洗液(10 g/L):100 mL 含 1 mL 氨水(3.2)。

3.13 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡[$w(\text{Sn}) \geq 99.9\%$]于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL),加热至完全溶解冒硫酸白烟,冷却,加 25 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL),用硫酸(1+9)洗入 1 000 mL 容量瓶中,并用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锡。

3.14 锡标准溶液:移取 25.00 mL 锡标准贮存溶液(3.13)于 500 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5.0 μg 锡。用时配制。

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。

表 1

| 锡的质量分数/% | 试料质量/g | 试液总体积/mL | 移取试液体积/mL |
|------------------|---------|----------|-----------|
| 0.000 5~0.001 0 | 2.000 0 | — | 全部 |
| >0.001 0~0.005 0 | 2.000 0 | 100 | 20.00 |
| >0.005 0~0.010 0 | 2.000 0 | 100 | 10.00 |

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)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,加水约 50 mL,分次加 35 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至试料完全溶解,煮沸 5 min,用水洗表皿及杯壁,加水至 150 mL。

6.4.2 加 5 mL 铁溶液(3.11),10 g 氯化铵(3.1),用氨水(3.2)调至刚出现氢氧化铁沉淀(此时溶液 pH6~pH7),再加 6 mL~7 mL 氨水(3.2),加水至 200 mL,加热煮沸 1 min~2 min。

6.4.3 取下稍冷,趁热用快速滤纸过滤,用热的氯化铵洗液(3.12)洗涤烧杯及沉淀各 8~10 次,弃去滤液。用 20 mL 热硫酸(3.5)溶解沉淀于原烧杯中,用水洗涤 4~5 次。以氢氧化钠溶液(3.7)调至溶液刚出现氢氧化铁沉淀,用硫酸(3.4)调至沉淀恰好溶解并过量一滴,将试液加热至清亮,冷却至室温。

6.4.4 按表 1 将试液(6.4.3)转入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀并按表 1 移取相应量试液于 50 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 硫酸-柠檬酸混合酸(3.6),5.0 mL 抗坏血酸溶液(3.8),混匀,加入 5.0 mL 邻苯二酚紫(PV)溶液(3.9),5.0 mL 溴化十六烷基三甲铵(CTMAB)溶液(3.10)(每加一种试剂需轻轻混匀),用水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

6.4.5 将部分溶液移入 3 cm 吸收池中,于分光光度计波长 662 nm 处,以水为参比,测量其吸光度。

6.4.6 将所测试液的吸光度减去空白试验(6.3)溶液的吸光度后,在工作曲线上查得相应的锡量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 锡标准溶液(3.14)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 硫酸-柠檬酸混合酸(3.6),以下按 6.4.4~6.4.5 进行。

6.5.2 将测得系列标准溶液的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度后,以锡量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算锡的质量分数(%):

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

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的锡量,单位为微克(μg);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液的总体积,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)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:

| | | | |
|--------------|----------|----------|---------|
| 锡的质量分数/%: | 0.000 67 | 0.002 87 | 0.0108 |
| 重复性限 r /%: | 0.000 12 | 0.000 48 | 0.001 4 |

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

| 锡的质量分数/% | 允许差/% |
|------------------|---------|
| 0.000 5~0.002 0 | 0.000 4 |
| >0.002 0~0.005 0 | 0.000 7 |
| >0.005 0~0.007 5 | 0.001 0 |
| >0.007 5~0.010 0 | 0.001 5 |

9 质量保证和控制

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。