



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.10—2013  
代替 GB/T 13748.10—2005

---

## 镁及镁合金化学分析方法 第 10 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法

**Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—  
Part 10: Determination of silicon content—  
Molybdenum blue spectrophotometric method**

(ISO 1975:1973, Magnesium and magnesium alloys—Determination of silicon—  
Spectrophotometric method with the reduced silicomolybdic complex, NEQ)

2013-09-06 发布

2014-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
镁及镁合金化学分析方法  
第 10 部分:硅含量的测定  
钼蓝分光光度法

GB/T 13748.10—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字  
2013 年 11 月第一版 2013 年 11 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47687 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107

## 前 言

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：铝含量的测定；
- 第 2 部分：锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法；
- 第 3 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第 5 部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：锆含量的测定；
- 第 8 部分：稀土含量的测定 重量法；
- 第 9 部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 10 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 11 部分：铍含量的测定 依莱铬靛蓝 R 分光光度法；
- 第 12 部分：铜含量的测定；
- 第 13 部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第 15 部分：锌含量的测定；
- 第 16 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第 19 部分：钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：ICP-AES 测定元素含量；
- 第 21 部分：光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量；
- 第 22 部分：钍含量的测定。

本部分为 GB/T 13748 的第 10 部分。

本次对有采标对象的第 1 部分、第 4 部分、第 7 部分、第 8 部分、第 9 部分、第 10 部分、第 12 部分、第 14 部分、第 15 部分 9 个部分进行修订。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 13748.10—2005《镁及镁合金化学分析方法 硅含量的测定 钼蓝分光光度法》。

本部分与 GB/T 13748.10—2005 相比，主要技术变化如下：

- 增加了“实验报告”的要求；
- 删除了“质量保证和控制”的要求。

本部分使用重新起草法参考 ISO 1975:1973《镁及镁合金 硅的测定 钼蓝光度法》，与 ISO 1975:1973 一致性程度为非等效。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：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。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院。

**GB/T 13748.10—2013**

本部分主要起草人：童坚、王爱慈、臧慕文、李莉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748.10—1992, GB/T 13748.10—2005。

——GB/T 4374.1—1984。

# 镁及镁合金化学分析方法

## 第10部分:硅含量的测定

### 钼蓝分光光度法

#### 1 范围

GB/T 13748的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

试样用溴水-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 °C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 °C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  $\mu\text{g}$  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  $\mu\text{g}$  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(第 5 章),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

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。

### 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 °C~70 °C 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。

表 1

硅的质量分数/%	试料/g	加入硫酸体积/mL	定容体积/mL	分取体积/mL
0.002 0~0.008 0	0.50	5.0	100	—
>0.008 0~0.040	0.20	2.4	100	—
>0.040~0.20	0.20	2.4	100	20.00
>0.20~0.80	0.10	2.4	100	10.00
>0.80~1.50	0.10	2.4	250	10.00

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 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 硅标准溶液(3.12),分别置于 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 6.4.3~6.4.4 步骤进行。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)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 分析结果的计算

硅含量以硅的质量分数  $w_{Si}$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的硅量,单位为微克( $\mu g$ );

$V_0$ ——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)。

计算结果表示到小数点后 4 位。

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,在以下给出的范围内,两个测试结果的绝对值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%。重复性限( $r$ )按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2

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 3 所列允许差。

表 3

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 0~0.050	0.004
>0.050~0.100	0.007
>0.100~0.150	0.010
>0.150~0.400	0.020
>0.400~1.00	0.040
>1.00~1.50	0.05

## 9 试验报告

试验报告包括以下内容：

- 试样；
  - 使用的标准(包括发布或出版年号)；
  - 使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
  - 分析结果及其表示；
  - 与基本分析步骤的差异；
  - 测定中观察到的异常现象；
  - 试验日期。
- 



GB/T 13748.10-2013

版权专有 侵权必究

书号：155066·1-47687

定价：14.00 元