



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.7—2013
代替 GB/T 13748.7—2005

镁及镁合金化学分析方法 第7部分：锆含量的测定

**Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 7: Determination of zirconium content**

(ISO 2354:1976, Magnesium alloys—Determination of insoluble zirconium—Alizarin sulphionate photometric method, MOD;
ISO 1178:1976, Magnesium alloys—Determination of soluble zirconium—Alizarin sulphionate photometric method, MOD)

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 依莱铬氰蓝 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：氧含量的测定 氯化钡浊度法；
- 第 19 部分：钛含量的测定 二安替比啉甲烷分光光度法；
- 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 7 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 13748.7—2005《镁及镁合金化学分析方法 锆含量的测定 二甲苯酚橙分光光度法》。

本部分与 GB/T 13748.7—2005 相比，主要技术变化如下：

- 增加了“方法二 茜素磺酸盐光度法”测定不溶性锆含量；
- 增加了“方法三 茜素磺酸盐光度法”测定可溶性锆含量；
- 修改了第 1 章“范围”；
- 增加了第 2 章“总则”的要求；
- 增加了第 6 章“实验报告”的要求；
- 删除了“质量保证和控制”的要求；
- 增加了对仲裁方法的规定。

本部分包括 3 个方法，“方法一”是对 GB/T 13748.7—2005《镁及镁合金化学分析方法 铝含量的

测定 二甲苯酚分光光度法》的重新确认；“方法二”是新增加方法“茜素磺酸盐光度法”，测定不溶性锆；“方法三”是新增加方法“茜素磺酸盐光度法”，测定可溶性锆。

本部分方法二使用翻译法修改采用 ISO 2354:1976《镁合金 不溶性锆的测定 茜素磺酸盐光度法》；本部分方法三使用翻译法修改采用 ISO 1178:1976《镁合金 可溶性锆的测定 茜素磺酸盐光度法》。

本部分方法一为仲裁方法。

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：中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分方法一主要起草人：张元克、路震、路培乾、薛宁、张炜华。

本部分方法二主要起草人：张洁、张树朝、张炜华、匡玉云、胡璇。

本部分方法三主要起草人：吴豫强、李跃平、胡璇、张洁、石磊。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748.7—1992、GB/T 13748.7—2005。

镁及镁合金化学分析方法 第7部分：锆含量的测定

1 范围

GB/T 13748 的本部分方法一规定了镁及镁合金中锆含量的测定方法。

本部分方法二规定了镁合金中不溶性锆含量的测定方法。

本部分方法三规定了镁合金中可溶性锆含量的测定方法。

本部分方法一适用于镁及镁合金中锆含量的测定，测定范围：0.10%~1.00%。

本部分方法二适用于镁合金中不溶性锆含量的测定，测定范围：0.020%~0.30%。

本部分方法三适用于镁合金中可溶性锆含量的测定，测定范围：0.10%~1.0%。

本部分方法三不适用于含铅和(或)铋的镁合金，含铅和(或)铋的镁合金宜按附录 A 进行分析。

镁合金中稀土、钍和银的存在不干扰锆的测定。

注：铅容易与质量分数小于1%的锆共存，干扰锆的测定。

2 总则

2.1 除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水均为蒸馏水。

2.2 试样应加工为厚度不大于1 mm 的碎屑。

3 方法一 二甲苯酚橙分光光度法

3.1 方法提要

试样用盐酸和氢氟酸分解，加入高氯酸除去氟离子。以高氯酸调整酸度，加入二甲苯酚橙与锆生成红色络合物，于分光光度计波长 535 nm 处测量其吸光度。

3.2 试剂

3.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2.2 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

3.2.3 高氯酸($\rho=1.69$ g/mL)。

3.2.4 高氯酸[$c(\text{HClO}_4)=6.5$ mol/L]：移取 275 mL 高氯酸(3.2.3)以水稀释至 500 mL，混匀(需要时标定)。

3.2.5 盐酸(1+1)。

3.2.6 二甲苯酚橙溶液(1 g/L)：过滤，贮存于棕色瓶中。

3.2.7 苦杏仁酸溶液(150 g/L)：过滤备用。

3.2.8 洗涤液：1 000 mL 溶液中含有 20 mL 盐酸(3.2.1)及 50 g 苦杏仁酸，加热溶解后，过滤备用。

3.2.9 锆标准贮存溶液，按 3.2.9.1 配制和 3.2.9.2 标定。

3.2.9.1 配制：称取 1.77 g 氧氯化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)置于 300 mL 烧杯中，加入 100 mL 水及 166 mL 盐酸(3.2.5)溶解，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 约含 1 mg 锆。

3.2.9.2 标定：移取 50.00 mL 锆标准贮存溶液(3.2.9.1)于 300 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸(3.2.1)，加

热至沸,加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(3.2.7),充分搅拌,放置于 80 ℃ 的恒温水浴锅中保温 30 min,取出冷却,用中速滤纸过滤,用洗涤液洗净烧杯,将沉淀全部转移到滤纸上,用洗涤液洗涤沉淀 6~8 次,将滤纸及沉淀物一同放入预先恒重的 30 mL 带盖铂坩埚中(重量为 m_0),烘干,炭化后,放入 700 ℃ 马弗炉(3.3.2)中灰化 20 min,取出再放入 1 000 ℃ 高温炉中灼烧 2 h~3 h,取出,置于干燥器中冷却,称量。重复灼烧至恒量(重量为 m_1)。

按式(1)计算铅标准贮存溶液中铅的质量浓度:

$$\rho_{\text{Pb}} = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.7403}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ_{Pb} —— 铅的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- m_1 —— 灼烧后铂坩埚加沉淀的重量,单位为毫克(mg);
- V —— 移取的铅标准贮存溶液体积,单位为毫升(mL);
- m_0 —— 预先恒重的铂坩埚重量,单位为毫克(mg);
- 0.7403 —— 二氧化铅换算为铅的系数。

3.2.10 铅标准溶液:根据标定结果(3.2.9.2)移取适量铅标准贮存溶液(3.2.9)于 500 mL 容量瓶中,加入 80 mL 盐酸(3.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 40 μg 铅。

3.3 仪器

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 马弗炉:1 000 ℃ \pm 20 ℃。

3.4 分析步骤

3.4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铅的质量分数/%	试料/g
0.10~0.50	0.50
>0.50~1.00	0.25

3.4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

3.4.3 空白试验

随同试料(3.4.1)做空白试验。

3.4.4 测定

3.4.4.1 将试料(3.4.1)置于 250 mL 三角烧杯中,盖上表皿,缓慢加入 10 mL 盐酸(3.2.5),加入 1 滴氢氟酸(3.2.2),加热至试料完全溶解,加入 20 mL 高氯酸(3.2.3),加热蒸发至白色浓烟聚集在烧杯口部,继续冒烟 3 min,取下冷却。加入约 50 mL 水使盐类完全溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.4.4.2 移取 5.00 mL 溶液(3.4.4.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 高氯酸(3.2.4),混匀,加入 5.0 mL 二甲苯酚橙溶液(3.2.6),以水稀释至刻度,混匀。

3.4.4.3 将部分溶液(3.4.4.2)移入 1 cm 吸收池中,以空白试验溶液(3.4.3)为参比,于分光光度计(3.3.1)波长 535 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的镉量。

3.4.5 工作曲线的绘制

3.4.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 镉标准溶液(3.2.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 高氯酸(3.2.4),混匀,加入 5.0 mL 二甲苯酚橙溶液(3.2.6),以水稀释至刻度,混匀。

3.4.5.2 将部分溶液(3.4.5.1)移入 1 cm 吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 535 nm 处测量其吸光度。以镉量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

3.5 分析结果的计算

镉含量以镉的质量分数 w_{Cd} 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{\text{Cd}} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的镉量,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)。

计算结果表示到小数点后 3 位。

3.6 精密度

3.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,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)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2

镉的质量分数/%	0.106	0.426	0.852
重复性限 r /%	0.005	0.007	0.012

3.6.2 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

镉的质量分数/%	允许差/%
0.10~0.40	0.015
>0.40~1.00	0.025

4 方法二 茜素磺酸盐分光光度法

4.1 方法提要

试料用盐酸溶解,过滤,用含有氢氟酸的高氯酸溶液溶解不溶性锆,移取部分试液,在1.5 mol/L 盐酸中,加热,使锆与茜素磺酸盐生成络合物,于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

4.2 试剂

4.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2.2 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

4.2.3 高氯酸($\rho=1.69$ g/mL)。

4.2.4 茜素磺酸钠溶液(1.5 g/L):称取 1.5 g 茜素磺酸钠溶解于 300 mL 温水中,过滤,冷却,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.5 氯化镁溶液(420 g/L):称取 42 g 氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解于水中,用水稀释至 100 mL,混匀。1 升溶液中含 50 g 镁。

4.2.6 锆标准贮存溶液(5mg/mL),按照下列方法之一制备。

4.2.6.1 称取 0.500 0 g 金属锆($w_z \geq 99.9\%$)于干燥的烧杯中,边冷却边加入 30 mL 甲醇($\rho=0.795$ g/mL)、5 mL 溴($\rho=3.119$ g/mL),当反应停止后,缓慢加热,使其溶解完全,加入 20 mL 盐酸(4.2.1),加热至沸,并继续煮至溶液呈无色,加水使溶液体积保持约 50 mL。冷却,用水移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.6.2 称取 1.77 g 氧氯化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)溶解于适量水中,加入 10 mL 盐酸(4.2.1),过滤,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:使用的氧氯化锆,要保证其没有潮解,并且不能置于烘箱中干燥,因为烘干可以使它的形态发生变化,变化后的形态虽能溶解并用重量法测定(见“溶液的标定”),但与茜素磺酸盐的反应却很慢。

可以采用下列方法之一标定锆标准贮存溶液(4.2.6.2):

a) 苦杏仁酸重量法

移取 10.00 mL 锆标准贮存溶液(4.2.6.2)于 250 mL 烧杯中,用水稀释至体积约 40 mL,加入 30 mL 盐酸(4.2.1)。煮沸并加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(150 g/L)。

在 80 °C 温度下保持约 20 min,冷却,用中速滤纸过滤,残渣用每升含有 20 mL 盐酸(4.2.1)和 50 g 苦杏仁酸的溶液洗净烧杯,将沉淀全部转移到滤纸上,用洗涤液洗涤沉淀 6~8 次,将滤纸及沉淀物一同放入预先恒重的 30 mL 带盖铂坩埚中,烘干,炭化后,于 700 °C 灰化 20 min,于 950 °C~1 000 °C 温度下灼烧 2 h~3 h,取出,置于干燥器中冷却,称量。重复灼烧至恒量(重量为 m_1)。

按式(3)计算锆标准贮存溶液中锆的质量浓度:

$$\rho_z = \frac{m_1 \times 0.7403}{V} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

ρ_z —— 锆的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_1 —— 称得二氧化锆的质量,单位为毫克(mg);

V —— 移取锆标准贮存溶液(4.2.6.2)的体积,单位为毫升(mL);

0.7403 —— 二氧化锆换算为锆的系数。

b) 对 p -溴苦杏仁酸重量法

移取 10.00 mL 锆标准贮存溶液(4.2.6.2)于 250 mL 烧杯中,用水稀释至体积约 70 mL,加

热,使溶液温度约 80 ℃,在不断搅拌下,缓慢加入预先加热至 80 ℃左右的 50 mL 对 *p*-溴苦杏仁酸溶液(0.1 mol/L)。

于 80 ℃左右温度下静置 20 min,加入 2 mL~3 mL 对 *p*-溴苦杏仁酸溶液(0.1 mol/L),检查锆的沉淀是否完全。不断搅拌,冷却至室温,用中速滤纸过滤,用水仔细洗涤。将滤纸及沉淀物一同放入预先恒重的 30 mL 带盖铂坩埚中,烘干,炭化后,于 700 ℃灰化 20 min,于 950 ℃~1 000 ℃温度下灼烧 2 h~3 h,取出,置于干燥器中冷却,称量。重复灼烧至恒量(重量为 m_1)。

按式(4)计算锆标准贮存溶液中锆的质量浓度:

$$\rho_{Zr} = \frac{m_1 \times 0.7403}{V} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

ρ_{Zr} —— 锆的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_1 —— 称得二氧化锆的质量,单位为毫克(mg);

V —— 移取锆标准贮存溶液(4.2.6.2)的体积,单位为毫升(mL);

0.7403 —— 二氧化锆换算为锆的系数。

4.2.7 锆标准溶液(0.1 mg/mL):根据锆标准贮存溶液(4.2.6)的浓度,移取适量的溶液置于适量容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锆。用前配制。

4.3 仪器

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 光电比色计。

4.4 分析步骤

4.4.1 试料

按表 4 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 4

不溶性锆的质量分数/%	试料/g	水体积/mL	盐酸(4.2.1)体积/mL
0.020~0.15	6.0	120	60
>0.15~0.30	4.0	80	40

4.4.2 空白试验

随同试料(4.4.1)做空白试验。

4.4.3 工作曲线的绘制

4.4.3.1 系列标准溶液的制备

于 9 个适当容积(如 100 mL)的干燥锥形瓶中,分别加入 2 mL 氯化镁溶液(4.2.5),按表 5 移取不同体积的锆标准溶液(4.2.7)。

分别补加水使溶液体积为 10.0 mL,加入 2.5 mL 盐酸(4.2.1)和 10.0 mL 茜素磺酸钠溶液(4.2.2)。将锥形瓶置于沸水浴中,保持 2.5 min~3.5 min,立即冷却至室温,加入 2.0 mL 盐酸(4.2.1),将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

表 5

移取标准溶液(4.2.7)体积/mL	相当于铅量/mg
0	0
1.00	0.10
2.00	0.20
3.00	0.30
4.00	0.40
5.00	0.50
6.00	0.60
7.00	0.70
8.00	0.80

4.4.3.2 测量

用分光光度计(4.3.1)于波长 525 nm 处,或用配有适当滤光片的光电比色计(4.3.2),用 1 cm 吸收池,以试剂空白溶液为参比,于 1 h 内测量系列标准溶液(4.4.3.1)的吸光度。

4.4.3.3 曲线绘制

以 100 mL 测试溶液中所含有的铅量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.4.4 测定

4.4.4.1 试料溶解

将称取的试料(4.4.1)置于适当体积(如 600 mL)的烧杯中,盖上表面皿,按表 4 分次加入水和盐酸(4.2.1)。待反应停止后,缓慢加热至试料完全溶解,加热至沸并继续煮沸 5 min。用中速滤纸过滤,用热水仔细洗涤残渣。

4.4.4.2 试液制备

将有残渣的滤纸移入适当体积的铂皿中,烘干,炭化,在 600 ℃~800 ℃灰化完全,冷却,加入 5 mL 水、1 mL 氢氟酸(4.2.2)和 2 mL 高氯酸(4.2.3),加热蒸发至溶液近干,用少量水洗涤皿壁,再加入 2 mL 高氯酸(4.2.3),重复蒸发至溶液近干。

注:若溶液全部蒸干,需补充加入 2 mL 水和 1 mL 盐酸(4.2.1),继续加热数分钟。

4.4.4.2.1 不含银的镁合金

将铂皿里的溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水洗净铂皿,以水稀释至刻度,混匀。

4.4.4.2.2 含银的镁合金

将铂皿里的溶液移入适当容量(例如 250 mL)的烧杯里,用水洗净铂皿,加入 15 mL 盐酸(4.2.1)煮沸数分钟。加入 50 mL 水并煮沸以促进氯化银的凝结,冷却至室温。用含有少量纤维素的慢速滤纸过滤,用水洗净沉淀和滤纸,将滤液和洗涤液收集于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.4.4.3 显色

根据试料中不溶性锆含量及镁合金类型,按表6移取试液(4.4.4.2.1)或试液(4.4.4.2.2),置于适当容积(如100 mL)的干燥锥形瓶中,补水使体积为10.0 mL。按表6加入盐酸(4.2.1),加入10.0 mL 茜素磺酸钠溶液(4.2.4),将锥形瓶置于沸水浴中,保持2.5 min~3.5 min,取下,立即冷却至室温,加入2.0 mL 盐酸(4.2.1),将溶液移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

表6

不溶性锆的质量分数/%	移取试液体积/mL	加入盐酸(4.2.1)的体积/mL	
		试液(4.4.4.2.1)	试液(4.4.4.2.2)
0.020~0.15	10.00	2.5	1.0
0.10~0.30	5.00	2.5	1.75

4.4.4.4 测量

以空白试验溶液(4.4.2)为参比,调节仪器吸光度为零后,在1 h之内测量显色溶液的吸光度,从工作曲线上查得相应的锆量。

4.5 分析结果的计算

锆含量以锆的质量分数 w_z 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_z = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的锆量,单位为毫克(mg);

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3位。

5 方法三 茜素磺酸盐分光光度法

5.1 方法提要

试料用盐酸溶解,过滤,移取部分试液,在1.5 mol/L盐酸中,加热,使锆与茜素磺酸盐生成络合物,于分光光度计波长525 nm处测量其吸光度。

5.2 试剂

5.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

5.2.2 茜素磺酸钠溶液(1.5 g/L):称取1.5 g茜素磺酸钠溶解于300 mL温水中,过滤,冷却,用水稀释至1 000 mL,混匀。

5.2.3 氯化镁溶液(420 g/L):称取42 g氯化镁($MgCl_2 \cdot 6H_2O$)溶解于水中,用水稀释至100 mL,混匀。1升溶液中含50 g镁。

5.2.4 锆标准贮存溶液(5mg/mL),按照下列方法之一制备。

5.2.4.1 称取 0.500 0 g 金属锆 [$w_{\text{Zr}} \geq 99.9\%$] 于干燥的烧杯中,边冷却边加入 30 mL 甲醇 ($\rho = 0.795 \text{ g/mL}$)、5 mL 溴 ($\rho = 3.119 \text{ g/mL}$),当反应停止后,缓慢加热,使其溶解完全,加入 20 mL 盐酸(5.2.1),加热至沸,并继续煮至溶液呈无色,加水使溶液体积保持约 50 mL。冷却,用水移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.2.4.2 称取 1.77 g 氧氯化锆 ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) 溶解于水中,加入 10 mL 盐酸(5.2.1),过滤,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:使用的氧氯化锆,要保证其没有潮解,并且不能置于烘箱中干燥,因为烘干可以使它的形态发生变化,变化后的形态虽能溶解并用重量法测定(见“溶液的标定”),但与茜素磺酸盐的反应却很慢。

使用下列方法之一标定锆标准贮存溶液(5.2.4.2):

a) 苦杏仁酸重量法

移取 10.00 mL 锆标准贮存溶液(5.2.4.2)于 250 mL 烧杯中,用水稀释至体积约 40 mL,加入 30 mL 盐酸(5.2.1)。煮沸并加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(150 g/L)。

在 80 °C 温度下保持约 20 min,冷却,用中速滤纸过滤,残渣用每升含有 20 mL 盐酸(5.2.1)和 50 g 苦杏仁酸的溶液洗净烧杯,将沉淀全部转移到滤纸上,用洗涤液洗涤沉淀 6~8 次,将滤纸及沉淀物一同放入预先恒重的 30 mL 带盖铂坩埚中,烘干,炭化后,于 700 °C 灰化 20 min,于 950 °C~1 000 °C 温度下灼烧 2 h~3 h,取出,置于干燥器中冷却,称量。重复灼烧至恒量(重量为 m_1)。

按式(6)计算锆标准贮存溶液中锆的质量浓度:

$$\rho_{\text{Zr}} = \frac{m_1 \times 0.7403}{V} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

ρ_{Zr} —— 锆的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_1 —— 称得二氧化锆的质量,单位为毫克(mg);

V —— 移取锆标准溶液(5.2.4.2)的体积,单位为毫升(mL);

0.7403 —— 二氧化锆换算为锆的系数。

b) 对 p -溴苦杏仁酸重量法

移取 10.00 mL 锆标准贮存溶液(5.2.4.2)于 250 mL 烧杯中,稀释至体积约 70 mL,加热,使溶液温度约 80 °C,在不断搅拌下,缓慢加入预先加热至 80 °C 左右的 50 mL 对 p -溴苦杏仁酸溶液(0.1 mol/L)。

于 80 °C 左右温度下静置 20 min,加入 2 mL~3 mL 对 p -溴苦杏仁酸溶液(0.1 mol/L),检查锆的沉淀是否完全。不断搅拌,冷却至室温,用中速滤纸过滤,用水仔细洗涤。将滤纸及沉淀物一同放入预先恒重的 30 mL 带盖铂坩埚中,烘干,炭化后,于 700 °C 灰化 20 min,于 950 °C~1 000 °C 温度下灼烧 2 h~3 h,取出,置于干燥器中冷却,称量。重复灼烧至恒量(重量为 m_1)。

按式(7)计算锆标准贮存溶液中锆的质量浓度:

$$\rho_{\text{Zr}} = \frac{m_1 \times 0.7403}{V} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

ρ_{Zr} —— 锆的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_1 —— 称得二氧化锆的质量,单位为毫克(mg);

V —— 移取锆标准溶液(5.2.4.2)的体积,单位为毫升(mL);

0.7403 —— 二氧化锆换算为锆的系数。

5.2.5 锆标准溶液(0.1 mg/mL):根据锆标准贮存溶液(5.2.4)的浓度,移取适量的溶液置于适量容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锆。用前配制。

5.3 仪器

5.3.1 分光光度计。

5.3.2 光电比色计。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

按表 7 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 7

可溶性铅的质量分数/%	试料/g	水体积/mL	盐酸(5.2.1)体积/mL
0.10~0.30	5.0	120	60
>0.30~1.0	4.0	80	40

5.4.2 空白试验

随同试料(5.4.1)做空白试验。

5.4.3 工作曲线的绘制

5.4.3.1 系列标准溶液的制备

于 9 个适当容积(如 100 mL)的干燥锥形瓶中,分别加入 2 mL 氯化镁溶液(5.2.3),按表 8 移取不同体积的铅标准溶液(5.2.5)。

分别补加水使溶液体积为 10.0 mL,加入 2.5 mL 盐酸(5.2.1)和 10.0 mL 茜素磷酸钠溶液(5.2.2)。将锥形瓶置于沸水浴中,保持 2.5 min~3.5 min,立即冷却至室温,加入 2.0 mL 盐酸(5.2.1),将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

表 8

移取铅标准溶液(5.2.5)体积/mL	相当于铅量/mg
0	0
1.00	0.10
2.00	0.20
3.00	0.30
4.00	0.40
5.00	0.50
6.00	0.60
7.00	0.70
8.00	0.80

5.4.3.2 测量

用分光光度计(5.3.1)于波长 525 nm 处,或用配有适当滤光片的光电比色计(5.3.2),用 1 cm 吸收池,以空白试验溶液为参比,于 1 h 内测量系列标准溶液(5.4.3.1)的吸光度。

5.4.3.3 曲线绘制

以 100 mL 测试溶液中所含有的铅量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.4 测定

5.4.4.1 试液制备

将称取的试料(5.4.1)置于适当体积(如 600 mL)的烧杯中,盖上表皿,按表 7 分次加入水和盐酸(5.2.1)。待反应停止后,缓慢加热至试料完全溶解,加热至沸并继续煮沸 5 min,用中速滤纸过滤,以热水洗涤,收集滤液和洗涤液于 500 mL 容量瓶中,冷却,用水稀释至刻度,混匀。

注 1: 为避免铅在微酸性溶液中水解,试液制备完后应尽快进行测量。

注 2: 残渣可用于不溶性铅的测定(参见方法二)。

5.4.4.2 显色

移取 10.00 mL 试液(5.4.4.1)于适当容积(如 100 mL)的干燥锥形瓶中,加入 2.5 mL 盐酸(5.2.1)和 10.0 mL 茜素磺酸钠溶液(5.2.2),将锥形瓶置于沸水浴中,保持 2.5 min~3.5 min,取下,立即冷却至室温,加入 2.0 mL 盐酸(5.2.1),将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.4.4.3 测量

以空白试验溶液(5.4.2)为参比,调节仪器吸光度为零后,在 1 h 之内测量显色溶液的吸光度,从工作曲线上查得相应的铅量。

5.5 分析结果的计算

铅含量以铅的质量分数 w_{Pb} 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_{Pb} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铅量,单位为毫克(mg);

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 3 位。

6 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。

附 录 A
(规范性附录)
含铅和(或)铋的镁合金

A.1 原理

在溶解含铅和(或)铋的镁合金试样时,铅和(或)铋由于过氧化氢的氧化而进入到溶液中,干扰铅的测定,测定步骤按下述方法进行。

A.2 对测定步骤的修正

A.2.1 试剂

除 5.2 列出的试剂外,还有过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。

A.2.2 测定

用以下步骤替代 5.4.4.1 操作:

试液制备:

将称取的试料(5.4.1)置于适当体积(如 600 mL)的烧杯中,盖上表面皿,按表 7 分次加入水和盐酸(5.2.1)。待反应停止后,加入 1 mL 过氧化氢(A.2.1),放置 10 min,缓慢加热至试料完全溶解,加热至沸并继续煮沸 5 min。

合金中不含银:

试液用中速滤纸过滤,以热水洗涤,将滤液和洗液收集于 500 mL 容量瓶中,冷却,用水稀释至刻度,混匀。

合金中含银:

加入 50 mL 水,煮沸数分钟以使氯化银凝聚,冷却至室温,试液用含有滤纸浆的慢速滤纸过滤,用冷水洗涤,将滤液和洗涤液收集于 500 mL 容量瓶中,冷却,稀释至刻度,混匀。

注 1: 为避免铅在微酸性溶液中水解,试液制备完后应尽快进行测量。

注 2: 残渣可用于不溶性铅的测定(参见方法二)。

中华人民共和国
国家标准
镁及镁合金化学分析方法
第7部分:铝含量的测定
GB/T 13748.7-2013

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
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 1 字数 24 千字
2013年11月第一版 2013年11月第一次印刷

书号: 155066·1-47684 定价 18.00 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



GB/T 13748.7-2013