



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.9—2013
代替 GB/T 13748.9—2005

镁及镁合金化学分析方法 第9部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 9: Determination of iron content—
Orthopenanthroline spectrophotometric method

(ISO 792:1973, Magnesium and magnesium alloys—
Determination of iron—Orthophenanthroline photometric method, 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 9 部分:铁含量的测定
邻二氮杂菲分光光度法
GB/T 13748.9—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 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: 155066·1-47686 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：铅含量的测定；
- 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 9 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 13748.9—2005《镁及镁合金化学分析方法 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法》。

本部分与 GB/T 13748.9—2005 相比，主要技术变化如下：

- 修改 6.5.2 为“……以试剂空白溶液(不加铁标准溶液者)为参比……”。
- 修改表 2 中“铁的质量分数/%”一栏中“>0.045~0.080”为“>0.040~0.080”。
- 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 792:1973《镁及镁合金 铁的测定 邻菲罗啉光度法》，与 ISO 792:1973 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。

GB/T 13748.9—2013

本部分起草单位：东北轻合金有限责任公司、抚顺铝业有限公司。

本部分起草人：周兵、刘沙、张万金、计春雷、方颖、徐铁玲、纪艳丽、董晓林。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748.9—1992、GB/T 13748.9—2005；

——GB/T 4374.2—1984。

镁及镁合金化学分析方法

第9部分：铁含量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

GB/T 13748的本部分规定了镁及镁合金中铁含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中铁含量的测定。测定范围：0.001 0%~1.00%。

2 方法提要

试料以盐酸溶解，用盐酸羟胺还原铁，在 pH3.5~pH4.5 乙酸盐缓冲介质中，二价铁离子与邻二氮杂菲显色，于分光光度计 510 nm 处测量其吸光度，借此测定铁含量。

锌的干扰加入过量的邻二氮杂菲消除；锆的影响通过延长显色时间消除。

3 试剂

3.1 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸羟胺(10 g/L)。

3.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)，用 500 mL 水溶解，过滤后，加入 240 mL 乙酸($\rho=1.05$ g/mL)，以水稀释至 1 000 mL，混匀。

3.5 邻二氮杂菲溶液(10 g/L)。

3.6 铁标准贮存液(250 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，按下述方法之一制备。

3.6.1 称取 1.755 6 g 硫酸亚铁铵[(NH_4)₂Fe(SO₄)₂ · 6H₂O](基准物质)于 100 mL 烧杯中，加入少量水和 20 mL 盐酸(3.2)溶解。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 250 μg 铁。

3.6.2 称取 0.357 5 g 预先在 600 °C 下灼烧过的纯三氧化二铁[$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.9\%$]于 100 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸(3.2)，加热至完全溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 250 μg 铁。

3.7 铁标准溶液(25 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：移取 50.00 mL 铁标准贮存液(3.6.1 或 3.6.2)于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 25 μg 铁。

3.8 铁标准溶液(5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：移取 50.00 mL 铁标准溶液(3.7)于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铁(用时现配)。

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

称取试样 1.0 g(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

随同试料作空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 聚乙烯烧杯中,盖上表皿,加入 5 mL 水,分次加入总量为 20 mL 盐酸(3.2),待剧烈反应停止后,加热至完全溶解。在水浴上蒸发至糊状(试液量约为 10 mL,空白试液约为 0.5 mL),取下,冷却。

注:含铝的镁合金试料,如有不溶性残渣,加 1 滴氢氟酸(3.1)溶解。

6.4.2 将溶液按表 1 移入容量瓶中(如有混浊需过滤),以水稀释至刻度,混匀,根据试样中铁含量不同分别按下述操作:

铁的质量分数在 0.001 0%~0.010% 时,将试液全部移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 50 mL,混匀。

铁的质量分数在 >0.010%~1.00% 时,将按表 1 移取部分试液于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 50 mL,混匀。

表 1

铁的质量分数/%	试液总体积/mL	移取试液体积/mL	吸收池厚度/cm
0.001 0~0.005 0	100	全部	5
>0.005 0~0.010	100	全部	3
>0.010~0.100	100	25.00	1
>0.100~0.500	200	10.00	1
>0.500~1.00	200	5.00	1

6.4.3 加入 4 mL 盐酸羟胺溶液(3.3),15 mL 缓冲溶液(3.4)和 10 mL 邻二氮杂菲溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀,放置 1 h。

6.4.4 将部分溶液(6.4.3)移入相应的吸收池中,以空白试验(6.3)的溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 铁的质量分数为 0.001 0%~0.005 0% 时,移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(3.8),分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 50 mL,以下按 6.4.3 进行。

铁的质量分数 > 0.005 0%~0.010% 时,移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液(3.7),分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 50 mL,以下按 6.4.3 进行。

铁的质量分数 > 0.010%~1.00% 时,移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL、11.00 mL 铁标准溶液(3.7),分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至约 50 mL,以下按 6.4.3 进行。

6.5.2 将部分试液(6.5.1)移入相应的吸收池中,以试剂空白溶液(不加铁标准溶液者)作参比,于分光光度计波长 510 nm 处测定其吸光度,以铁量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铁量,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 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)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2

铁的质量分数/%	0.004 0	0.028	0.100	0.422	0.984
重复性限 r /%	0.000 4	0.003	0.008	0.013	0.021

8.2 允许差

实验室之间的分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

铁的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.007 5	0.001 0
>0.007 5~0.010	0.002 0
>0.010~0.020	0.004
>0.020~0.040	0.006
>0.040~0.080	0.008
>0.080~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.250~0.500	0.020
>0.500~0.750	0.030
>0.750~1.00	0.040

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 13748.9-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47686

定价: 14.00 元