

ICS 77.120.20
H 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.4—2005
代替 GB/T 13748.2—1992

GB/T 13748.4—2005

镁及镁合金化学分析方法 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of manganese content
—Periodate spectrophotometric method

(NEQ ISO 2353:1972、ISO 809:1973、ISO 810:1973)

中华人民共和国
国家标准
镁及镁合金化学分析方法
锰含量的测定
高碘酸盐分光光度法
GB/T 13748.4—2005

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcs.com
电话:68523946 68517548

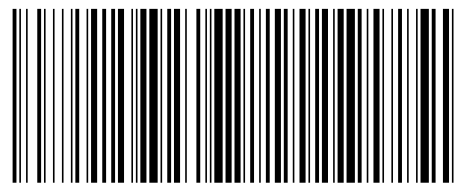
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字
2005年12月第一版 2005年12月第一次印刷

*
书号:155066·1-26783 定价 12.00 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)68533533



GB/T 13748.4—2005

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

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。

24.4.2 将试液(24.4.1)置于电炉上加热至沸,取下加入 10 mL 高碘酸钾溶液(21.4),继续加热至沸,待溶液显紫红色后低温沸 20 min【其间不断吹入去还原剂的水(21.6),使体积保持一致并小于 50 mL】,在电炉上保温 10 min,取下冷却,移入 50 mL 容量瓶中,用去还原剂的水(21.6)稀释至刻度,混匀。

24.4.3 移取部分显色液(24.4.2)于 5 cm 吸收池中,向剩余的显色液中边摇边滴加亚硝酸钠溶液(21.5)使紫色刚好褪去,取其溶液于另一个吸收池中为参比,于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

24.4.4 将所测得试液的吸光度,减去试剂空白试验(24.3)溶液的吸光度后,从工作曲线上查得相应的锰量。

24.5 工作曲线的绘制

24.5.1 移取 0, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 锰标准溶液(21.8)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸(21.3),加入 5 mL 硝酸(21.1),加入 1 mL 磷酸(21.2),混匀,加水使体积约 50 mL。以下按 24.4.2~24.4.3 进行。

24.5.2 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,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

25 分析结果的计算

按公式(3)计算锰的质量分数(%)：

$$\omega(\text{Mn}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得的锰量,单位为毫克(mg)；

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

26 精密度

26.1 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,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：

锰的质量分数/%：	0.002 5	0.005 0	0.007 5
重复性限 r /%：	0.000 3	0.000 6	0.001 0

26.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

表 5

锰的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.010 0	0.001 5

27 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。