



中华人民共和国国家标准

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

GB/T 13748.7—2013

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 sulphonate photometric method, MOD; ISO 1178:1976, Magnesium alloys—Determination of soluble zirconium—Alizarin sulphonate photometric method, MOD)

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：锆含量的测定
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

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

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_{Zr} 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

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

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。

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 依来铬氰蓝 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: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 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 铅含量的测定 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”测定不溶性铅含量;
- 增加了“方法三 茜素磺酸盐光度法”测定可溶性铅含量;
- 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 铅含量的

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

本部分方法二使用翻译法修改采用 ISO 2354:1976《镁合金 不溶性铅的测定 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 可溶性铅的测定 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、路霞、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。

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	6.0	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，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。