



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.11—2005
代替 GB/T 13748.7—1992

镁及镁合金化学分析方法 铍含量的测定 依莱铬氰蓝 R 分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of beryllium content
—Solochrome cyanine R spectrophotometric method

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、抚顺铝业、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。

GB/T 13748.11—2005

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。

 美析仪
MACY INSTRUMENTS
业光度计系列生产厂
://www.macylab.com TEL:400-616-

前 言

GB/T 13748—2005 共分为 19 部分,本部分为第 11 部分。

本部分是对 GB/T 13748.7—1992 的修订,测定范围由 0.005%~0.02%调整为 0.000 2%~0.020 0%,并进行了编辑性整理。

本部分代替 GB/T 13748.7—1992。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分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。

本部分由东北轻合金有限责任公司起草。

本部分主要起草人:李文志、施立新、刘昕、魏雪冬、李媛媛。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13748.7—1992。

美析仪

MACY INSTRUMENTS

业光度计系列生产厂

://www.macylab.com TEL:400-616-

镁及镁合金化学分析方法

铍含量的测定

依莱铬氰蓝 R 分光光度法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中铍含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中铍含量的测定。测定范围：0.000 2%~0.020 0%。

2 方法提要

试料以盐酸溶解。以乙二胺四乙酸二钠和酒石酸钠为掩蔽剂，在 pH9.6 的溶液中，铍与依莱铬氰蓝 R、溴化十六烷基三甲基胺形成三元络合物。于分光光度计波长 558 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.2 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 氨水(1+1)。

3.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(100 g/L)。

3.6 酒石酸钠溶液(100 g/L)。

3.7 依莱铬氰蓝 R(简称 SCR, 分子式为 $C_{23}H_{15}O_5SN_3$)溶液(2 g/L): 称取 0.500 g 依莱铬氰蓝 R 置于烧杯中, 加入 4 mL 硝酸(1+1), 搅匀, 加水使之完全溶解。过滤于 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.8 溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB)溶液(3 g/L): 称取 0.75 g CTMAB 溶解于约 200 mL 温水中, 冷却。加入 10 mL 无水乙醇, 过滤于 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.9 氨水-硝酸铵缓冲溶液(pH9.6): 称取 45 g 硝酸铵溶解于约 400 mL 水中, 加入 65 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL), 混匀。在酸度计上用氨水(3.4)或硝酸(1+1)调节至 pH9.6, 移入 500 mL 容量瓶中。

3.10 镁溶液(10 g/L): 称取 2.500 g 金属镁[$w(\text{Mg}) \geq 99.9\%$, 不含铍]置于 500 mL 烧杯中, 盖上表皿, 分次加入总量为 75 mL 盐酸(3.3), 待剧烈反应停止后, 缓慢加热至完全溶解, 冷却。移入 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.11 铍标准贮存溶液按 3.11.1 配制, 按 3.11.2 标定。

3.11.1 配制: 称取 0.500 g 硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶解于约 50 mL 水中, 过滤于 250 mL 容量瓶中, 加入 85 mL 盐酸(3.3), 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 约含 100 μg 铍。

3.11.2 标定: 移取 50.00 mL 铍标准贮存溶液(3.11.1)于 250 mL 烧杯中, 加 30 mL 水, 加热煮沸, 取下。加 4 mL EDTA 溶液(3.5)、3 滴麝香草酚蓝乙醇溶液(1 g/L), 滴加氨水(3.4)至溶液呈明显的蓝色并过量 5 滴, 加热至微沸, 在近沸下保温 30 min, 取下, 放置 12 h 以上。用中速定量滤纸过滤, 以氨水(5+95)洗涤烧杯 5~6 次、洗涤沉淀 7~8 次。将沉淀连同滤纸移入已恒量的瓷坩埚中, 干燥、灰化, 于 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 45 min, 取出, 稍冷。置于干燥器中冷却至室温后称量, 重复灼烧至恒重。

3.11.3 按公式(1)计算铍标准贮存溶液的质量浓度:

$$\rho(\text{Be}) = \frac{0.3603 \times m}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho(\text{Be})$ ——铍标准贮存溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

0.3603——氧化铍换算为铍的因数;

m ——灼烧后沉淀的质量,单位为微克(μg);

V ——移取铍标准贮存溶液(3.11.1)的体积,单位为毫升(mL)。

3.12 铍标准溶液:移取适量的铍标准贮存溶液(3.11)于500 mL容量瓶中,加167 mL盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含5 μg 铍。

3.13 铍标准溶液:移取25.00 mL铍标准溶液(3.12)于250 mL容量瓶中,加75 mL盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.5 μg 铍。

3.14 铍标准溶液:移取10.00 mL铍标准溶液(3.12)于250 mL容量瓶中,加80 mL盐酸(3.3)以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.2 μg 铍。

3.15 对硝基苯酚溶液(2 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(5),精确至0.0001 g。

表 1

铍的质量分数/%	试料 质量/g	试液 总体积	移取试液 体积	显色 体积	EDTA 体积	空白补加镁溶 液(3.10)体积	试液补加镁溶 液(3.10)体积	吸收池 厚度/cm
					(3.5)			
/mL								
0.0002~0.0010	1.0	100	10.00	100	25	10.0	—	5
>0.0010~0.0025	1.0	250	10.00	100	25	10.0	6.0	5
>0.0025~0.0050	1.0	250	5.00	100	25	10.0	8.0	5
>0.0050~0.0200	0.5	250	10.00	50	6	2.0	—	1

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移取镁溶液(3.10)于容量瓶中,以下按6.4.3进行。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于250 mL烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为25 mL盐酸(3.3),待剧烈反应停止后,加入1滴过氧化氢(3.2),加热使试料完全溶解,取下,冷却。

注:含铝的镁合金,加入2滴氢氟酸(3.1),加热使试料完全溶解。

6.4.2 将溶液按表1移入容量瓶中(若浑浊,需过滤),以水稀释至刻度,混匀。按表1分取试液于相应的容量瓶中,并补加镁溶液(3.10)。

6.4.3 加入2 mL酒石酸钠溶液(3.6),按表1加入EDTA溶液(3.5)、1滴对硝基苯酚溶液(3.15),用氨水(3.4)调节至溶液呈浅黄色并过量1.5 mL。加入4 mL氨水-硝酸铵缓冲溶液(3.9)、4 mL CTMAB溶液(3.8),缓慢混匀,放置5 min。在不断摇动下加入5 mL SCR溶液(3.7),混匀,放置5 min,以水稀释至刻度,混匀,放置10 min。

6.4.4 将部分溶液(6.4.3)移入表1规定的吸收池中,以空白试验溶液(6.3)为参比,于分光光度计波长558 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铍量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 铍的质量分数在0.000 2%~0.005 0%时:移取0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL铍标准溶液(3.14)于一组100 mL容量瓶中,加入10.0 mL镁溶液(3.10),以下按6.4.3进行。

6.5.2 铍的质量分数在>0.005 0%~0.020 0%时:移取0,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL铍标准溶液(3.13)于一组50 mL容量瓶中,加入2.0 mL镁溶液(3.10),以下按6.4.3进行。

6.5.3 将部分溶液(6.5.1)与(6.5.2)移入相应的吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长558 nm处测量其吸光度。以铍量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(2)计算铍的质量分数(%):

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

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铍量,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 ——移取试液体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个测试结果的测定值,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:

铍的质量分数/%: 0.000 4 0.004 0 0.015 0

重复性限 r /%: 0.000 05 0.000 5 0.001 2

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

铍的质量分数/%	允许差/%
0.000 2~0.000 5	0.000 05
>0.000 5~0.001 0	0.000 1
>0.001 0~0.002 5	0.000 2
>0.002 5~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.007 5	0.000 7
>0.007 5~0.010 0	0.001 0
>0.010 0~0.015 0	0.001 2
>0.015 0~0.020 0	0.001 4

9 质量保证和控制

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。