



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.18—2005
代替 GB/T 4374.5—1984

镁及镁合金化学分析方法 氯含量的测定 氯化银浊度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of chlorine content
—Silver chloride turbidimetric 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)。
- 重新起草了锆天青 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铝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。

前 言

GB/T 13748—2005 共分为 19 部分,本部分为第 18 部分。

GB/T 13748—1992 中没有氯的测定方法,相应的国际标准中也没有氯含量的测定方法。原生镁锭对氯的含量有一定的要求,因此有必要制定氯含量的测定方法。

本部分与 GB/T 4374.5—1984《镁粉和铝镁合金粉化学分析方法 丙酮-氯化银浊度法测定氯量》合并修订。

本部分代替 GB/T 4374.5—1984。

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。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分由河南华琪镁业有限公司参加起草。

本部分主要起草人:刘战伟、郭永恒、路培乾、赵广开。

本部分主要验证人:王永伟、吉海峰。

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 4374.5—1984。

镁及镁合金化学分析方法

氯含量的测定

氯化银浊度法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中氯含量的测定方法。

本部分适用于原生镁锭、镁粉和铝镁合金粉中氯含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.050 0%。

2 方法提要

试剂用硫酸溶解，在丙酮存在下，氯与硝酸银形成氯化银乳浊液，于分光光度计 420 nm 处，测量其吸光度。

3 试剂

3.1 镁： $[w(\text{Mg}) \geq 99.9\%$ ，不含氯]。

3.2 硝酸： $(\rho 1.42 \text{ g/mL})$ 。

3.3 丙酮。

3.4 硫酸(1+3)；优级纯。

3.5 硝酸银溶液(10 g/L)。

3.6 无氯离子水：取 50 mL 去离子水，加入 2 滴硝酸(3.2)，1 mL 硝酸银溶液(3.5)，于避光处观察，应无氯离子反应(本部分凡涉及试剂配制、稀释用水等处，均指此种水)。

3.7 氯标准贮存溶液：称取 1.648 5 g 基准氯化钠(预先在 400°C~500°C 灼烧至恒量，无爆裂声，在干燥器中冷却至室温)溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯。

3.8 氯标准溶液：移取 25.00 mL 氯标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 氯。

3.9 镁基体溶液(50 mg/mL)：称取 25.00 g 镁(3.1)于烧杯中，加入 500 mL 硫酸(3.4)溶解完全后，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 镁。

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 0.000 1 g。

表 1

氯的质量分数/%	试料质量/g	硫酸(3.4)体积/mL
0.001 0~0.008 0	2.5	50
>0.008 0~0.020 0	1.0	50
>0.020 0~0.040 0	0.5	35
>0.040 0~0.050 0	0.25	35

6.2 测量次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,按表 1 缓慢加入相应的硫酸(3.4),待试样溶解完全后,冷却至室温,移到 100 mL 容量瓶中(如混浊需过滤)。

6.4.2 加入 3 mL 硝酸(3.2),混匀,加入 2 mL 丙酮(3.3),混匀,加入 2 mL 硝酸银溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。将容量瓶放置于 70℃±1℃ 的水浴锅中加热 8 min,取出,流水冷却至室温,移入暗室放置 10 min。

6.4.3 将部分试液(6.4.2)移入 3 cm 吸收池中,以空白试验(6.3)溶液为参比,于分光光度计 420 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得相应的氯量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 根据氯的质量分数的不同,移取与试样相应的镁基体溶液(3.9)于 100 mL 容量瓶中,分别加入 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00 mL 氯标准溶液(3.8),加入 3 mL 硝酸(3.2),以下按 6.4.2 进行。

6.5.2 将部分试液(6.5.1)移入 3 cm 吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计 420 nm 处测量系列标准溶液的吸光度后,以氯量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算氯的质量分数(%):

$$w(\text{Cl}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的氯量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

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)按以下数据采用线性内插法求得:

氯的质量分数/%:	0.003 0	0.012 0	0.024 6	0.048 5
重复性限 r /%:	0.000 6	0.002 0	0.004 0	0.006 8

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

氯的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.008 0	0.000 8
>0.008 0~0.020 0	0.001 8
>0.020 0~0.050 0	0.003 0

9 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。