



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.19—2005

## 镁及镁合金化学分析方法 钛含量的测定 二安替比啉甲烷分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys  
—Determination of titanium content  
—Diantipyrylmethane 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钴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 19 部分。

GB/T 13748—1992 中没有钛含量的测定方法,对应的国际标准中也没有钛含量的测定方法。但原生镁锭国家标准中,对钛的含量有要求,为了满足分析检测的需要,制定了原生镁锭中钛含量的测定方法。

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。

本部分由东北轻合金有限责任公司、抚顺铝厂参加起草。

本部分主要起草人:张爱芬、褚丙武、张晓春、张元克。

本部分主要验证人:刘双庆、徐铁玲、周兵。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

# 镁及镁合金化学分析方法

## 钛含量的测定

### 二安替比啉甲烷分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了镁及镁合金中钛的测定方法。

本部分适用于原生镁锭中钛含量的测定。测定范围：0.000 5%~0.020%。

#### 2 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢分解，在抗坏血酸存在下，在0.5 mol/L~2 mol/L盐酸介质中，钛(IV)与二安替比啉甲烷生成黄色络合物，于分光光度计波长390 nm处测量其吸光度。

#### 3 试剂

3.1 过氧化氢( $\rho$ 1.10 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 抗坏血酸溶液(50 g/L)。

3.5 二安替比啉甲烷溶液(50 g/L)；2 mol/L的盐酸溶液，用时现配。

3.6 硫酸铜溶液(50 g/L)。

3.7 钛标准贮存溶液：称取0.500 0 g金属钛[ $w(\text{Ti}) \geq 99.9\%$ ]于500 mL烧杯中，加入125 mL硫酸(3.3)，加热使钛溶解，加数滴硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)，微沸驱除氮的氧化物，冷却，小心以水稀释至适当体积，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.5 mg钛。

3.8 钛标准溶液：移取10.00 mL钛标准贮存溶液(3.7)于500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含0.01 mg钛，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1.0 g试样(5)，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(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，分次加入20 mL盐酸(3.2)，盖上表皿，待剧烈反应后，滴加

6~10滴过氧化氢(3.1),低温煮沸15 min,用水洗表皿及杯壁,冷却,移入100 mL容量瓶中。

6.4.2 加入15 mL盐酸(3.2),混匀,加入5 mL抗坏血酸溶液(3.4),加入2滴硫酸铜溶液(3.6),放置5 min,加入10 mL二安替比啉甲烷溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀,放置30 min。

6.4.3 将部分溶液(6.4.2)移入2 cm吸收池中,以空白试验(6.3)溶液为参比,于分光光度计波长390 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的钛量。

## 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0,0.50,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00,15.00,20.00 mL钛标准溶液(3.8)于一组100 mL容量瓶中,加入15 mL盐酸(3.2),以下按6.4.2进行。

6.5.2 将部分溶液移入2 cm吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长390 nm处测量其吸光度,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,以钛量为横坐标,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)计算钛的质量分数(%):

$$w(\text{Ti}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的钛量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——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( $r$ )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:

钛的质量分数/%:      0.000 49      0.008 0      0.019 7

重复性限  $r$ /%:      0.000 08      0.000 5      0.001 0

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

钛的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.008 0	0.001 0
>0.008 0~0.020	0.002

## 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。