



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.1—2013
代替 GB/T 13748.1—2005

镁及镁合金化学分析方法 第 1 部分：铝含量的测定

**Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 1: Determination of aluminium content**

(ISO 791:1973, Magnesium and magnesium alloys—Determination of aluminium—Chromazurol S photometric method, MOD;
ISO 3255:1974, Magnesium alloys—Determination of aluminium—8-hydroxyquinoline gravimetric method, MOD)

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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：钪含量的测定 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：锆含量的测定；
- 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 依莱铬氰蓝 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：钪含量的测定。

本部分为 GB/T 13748 的第 1 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 13748.1—2005《镁及镁合金化学分析方法 铝含量的测定》。

本部分与 GB/T 13748.1—2005 相比，主要技术变化如下：

- 将方法一、方法二和方法三的“范围”合并为第 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。

本部分方法二使用重新起草法修改采用 ISO 3255:1974《镁合金 铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法》，与 ISO 3255:1974 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本部分方法二与 ISO 3255:1974 的章条编号对照一览表。

本部分与 ISO 3255:1974 相比存在技术性差异，这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位

置的垂直单线(|)进行了标示。

本部分与 ISO 3255:1974 的技术性差异及其原因如下:

- 为适应我国的技术条件,将“铬天青 S 分光光度法”修改为“铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法”;
- 将测定范围由“0.01%~0.20%”修改为“0.003 0%~0.300%”;
- 增加铬天青 S-氯化十四烷基吡啶的配制方法;
- 修改“工作曲线的绘制”方法,以适应我国标准编写体系的要求;
- 修改分析结果的计算公式,以适应我国标准编写体系的要求。

本部分方法三使用重新起草法修改采用 ISO 791:1973《镁合金 铝含量的测定 8-羟基喹啉重量法》,与 ISO 791:1973 相比在结构上有较多调整,附录 B 中列出了本部分方法三与 ISO 791:1973 的章条编号对照一览表。

本部分与 ISO 791:1973 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示。

本部分与 ISO 791:1973 的技术性差异及其原因如下:

- 修改方法提要,删除氰化钾的使用,减少污染;
- 修改分析结果的计算公式,以适应我国标准编写体系的要求。

本部分的“方法一”为铝含量在 0.020%~0.300%的镁合金(含锆、铍、钍或稀土)的仲裁方法,“方法二”为铝含量在 0.003 0%~0.300%的镁及镁合金(不含钛、锆、铍、稀土)的仲裁方法,本部分的“方法三”为铝含量在 1.50%~12.00%的镁合金(不含锆、钍或稀土)的仲裁方法。

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。

本部分方法一、方法二起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分方法三起草单位:北京有色金属研究总院、西南铝业(集团)有限责任公司。

本部分方法一主要起草人:李娜、王爱慈、汪修芬、臧慕文、童坚。

本部分方法二主要起草人:臧慕文、王爱慈、童坚、刘英。

本部分方法三主要起草人:刘冰心、邓兰洪、陈雄立、谭海燕、胡永立。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13748.1—1992、GB/T 13748.1—2005。

镁及镁合金化学分析方法

第 1 部分:铝含量的测定

1 范围

GB/T 13748 的本部分规定了镁及镁合金中铝含量的测定方法。

本部分方法一适用于镁合金(含锆、铍、钍或稀土)中铝含量的测定。测定范围:0.020%~0.300%。

本部分方法二适用于镁及镁合金(不含钛、锆、铍、稀土)中铝含量的测定。测定范围:0.003 0%~0.300%。

本部分方法三适用于镁合金(不含锆、钍或稀土)中铝含量的测定。测定范围:1.50%~12.00%。

2 总则

2.1 除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,所用水均为蒸馏水。

2.2 试样应加工为厚度不大于 1 mm 的碎屑。

3 方法一 8-羟基喹啉分光光度法

3.1 方法提要

试料用盐酸溶解。在 pH9.5 的碳酸铵溶液中,以硫代乙醇酸作掩蔽剂,用苯萃取铝与苯甲酰苯胺生成的沉淀,用稀盐酸反萃取,使铝与干扰元素分离。在 pH4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液中用 8-羟基喹啉显色,于分光光度计波长 390 nm 处测量其吸光度。

3.2 试剂

3.2.1 三氯甲烷。

3.2.2 苯。

3.2.3 盐酸(1+1),优级纯。

3.2.4 盐酸(1+10),优级纯。

3.2.5 盐酸: $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$,优级纯。

3.2.6 硫代乙醇酸溶液:取 20 mL 硫代乙醇酸(80%)加入 80 mL 水。

3.2.7 氨水(1+10),优级纯。

3.2.8 碳酸铵溶液(200 g/L),储存于塑料瓶中。

3.2.9 苯甲酰苯胺(BPHA)乙醇溶液(20 g/L):溶解 2 g BPHA 于 100 mL 乙醇中。用时配制。

3.2.10 8-羟基喹啉溶液:称取 5 g 8-羟基喹啉溶于 100 mL 乙酸溶液[$c(\text{CH}_3\text{COOH})=2 \text{ mol/L}$]中,用中速滤纸过滤,保存于棕色试剂瓶中。

3.2.11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:将等体积的无水乙酸钠溶液[$c(\text{CH}_3\text{COONa})=2 \text{ mol/L}$]和乙酸溶液[$c(\text{CH}_3\text{COOH})=2 \text{ mol/L}$]混合。

3.2.12 铝标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铝($w_{\text{Al}} \geq 99.9\%$)于聚乙烯烧杯中,加入 20 mL 水、3 g 氢氧化钠,待其完全溶解后,用盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)慢慢中和至出现沉淀,并过量 20 mL,不断搅拌使