



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.16—2005

镁及镁合金化学分析方法 钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of calcium content
—Flame atomic absorption spectrometric 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 16 部分。

GB/T 13748—1992 中没有钙含量的测定方法。相关的国际标准中也没有钙含量的分析方法。但部分镁及镁合金产品对钙的含量有要求,为了满足这一要求,需要制定镁及镁合金中钙含量分析方法的国家标准。

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。

本部分由抚顺铝厂起草。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、东北轻合金有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:冯颖新、郭阳、李志辉。

本部分主要验证人:张炜华、周兵、石磊、董晓林。

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

钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中钙含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中钙含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.050%。

2 方法提要

试料以盐酸溶解,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,在氯化镧存在下,以空气-乙炔富燃性火焰进行钙含量的测定。

3 试剂

- 3.1 镁[$w(\text{Mg}) \geq 99.9\%$,不含钙]。
- 3.2 氢氟酸($\rho 1.14 \text{ g/mL}$):优级纯。
- 3.3 过氧化氢($\rho 1.10 \text{ g/mL}$):优级纯。
- 3.4 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$):高纯。
- 3.5 高氯酸($\rho 1.67 \text{ g/mL}$):优级纯。
- 3.6 盐酸(1+1):蒸馏提纯。
- 3.7 氯化镧溶液(200 g/L):称取 100 g 氯化镧($\text{LaCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)以水定容于 500 mL 容量瓶中。
- 3.8 8-羟基喹啉溶液(50 g/L):称取 25 g 8-羟基喹啉置于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.6)微热溶解,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度混匀。
- 3.9 镁溶液(40 mg/mL):称取 20.00 g 镁(3.1)于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 400 mL 的盐酸(3.6),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,低温蒸发至盐类刚好析出,稍冷,加适量水溶解盐类,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 3.10 钙标准贮存溶液:称取 1.248 6 g 预先于 105℃ 烘干的碳酸钙,置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加 50 mL 水后,加 10 mL 盐酸(3.6)微热,待反应完全后,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度混匀,此溶液 1 mL 含 500 μg 钙。
- 3.11 钙标准溶液:移取 20.00 mL 钙标准贮存溶液(3.10)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

- 特征浓度:在与测量试样溶液的基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.15 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%,用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段吸光度差值之比