



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.7—2013
代替 GB/T 13748.7—2005

镁及镁合金化学分析方法 第7部分：锆含量的测定

**Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 7: Determination of zirconium content**

(ISO 2354:1976, Magnesium alloys—Determination of insoluble zirconium—Alizarin sulphonate photometric method, MOD;
ISO 1178:1976, Magnesium alloys—Determination of soluble zirconium—Alizarin sulphonate photometric 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
中国国家标准化管理委员会 发布

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：钇含量的测定 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 7 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 13748.7—2005《镁及镁合金化学分析方法 锆含量的测定 二甲苯酚橙分光光度法》。

本部分与 GB/T 13748.7—2005 相比，主要技术变化如下：

- 增加了“方法二 茜素磺酸盐光度法”测定不溶性锆含量；
- 增加了“方法三 茜素磺酸盐光度法”测定可溶性锆含量；
- 修改了第 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。

本部分包括 3 个方法，“方法一”是对 GB/T 13748.7—2005《镁及镁合金化学分析方法 锆含量的

测定 二甲苯酚橙分光光度法》的重新确认;“方法二”是新增加方法“茜素磺酸盐光度法”,测定不溶性锆;“方法三”是新增加方法“茜素磺酸盐光度法”,测定可溶性锆。

本部分方法二使用翻译法修改采用 ISO 2354:1976《镁合金 不溶性锆的测定 茜素磺酸盐光度法》;本部分方法三使用翻译法修改采用 ISO 1178:1976《镁合金 可溶性锆的测定 茜素磺酸盐光度法》。

本部分方法一为仲裁方法。

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。

本部分起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分方法一主要起草人:张元克、路霞、路培乾、薛宁、张炜华。

本部分方法二主要起草人:张洁、张树朝、张炜华、匡玉云、胡璇。

本部分方法三主要起草人:吴豫强、李跃平、胡璇、张洁、石磊。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13748.7—1992、GB/T 13748.7—2005。

镁及镁合金化学分析方法

第7部分：锆含量的测定

1 范围

GB/T 13748 的本部分方法一规定了镁及镁合金中锆含量的测定方法。

本部分方法二规定了镁合金中不溶性锆含量的测定方法。

本部分方法三规定了镁合金中可溶性锆含量的测定方法。

本部分方法一适用于镁及镁合金中锆含量的测定。测定范围：0.10%~1.00%。

本部分方法二适用于镁合金中不溶性锆含量的测定。测定范围：0.020%~0.30%。

本部分方法三适用于镁合金中可溶性锆含量的测定。测定范围：0.10%~1.0%。

本部分方法三不适用于含铅和(或)铋的镁合金，含铅和(或)铋的镁合金宜按附录 A 进行分析。

镁合金中稀土、钍和银的存在不干扰锆的测定。

注：铟容易与质量分数小于1%的锆共存，干扰锆的测定。

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 二甲苯酚橙分光光度法

3.1 方法提要

试样用盐酸和氢氟酸分解，加入高氯酸除去氟离子。以高氯酸调整酸度，加入二甲苯酚橙与锆生成红色络合物，于分光光度计波长535 nm处测量其吸光度。

3.2 试剂

3.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2.2 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

3.2.3 高氯酸($\rho=1.69$ g/mL)。

3.2.4 高氯酸[$c(\text{HClO}_4)=6.5$ mol/L]：移取275 mL高氯酸(3.2.3)以水稀释至500 mL，混匀(需要时标定)。

3.2.5 盐酸(1+1)。

3.2.6 二甲苯酚橙溶液(1 g/L)：过滤，贮存于棕色瓶中。

3.2.7 苦杏仁酸溶液(150 g/L)：过滤备用。

3.2.8 洗涤液：1 000 mL溶液中含有20 mL盐酸(3.2.1)及50 g苦杏仁酸，加热溶解后，过滤备用。

3.2.9 锆标准贮存溶液，按3.2.9.1配制和3.2.9.2标定。

3.2.9.1 配制：称取1.77 g氧氯化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)置于300 mL烧杯中，加入100 mL水及166 mL盐酸(3.2.5)溶解，移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL约含1 mg锆。

3.2.9.2 标定：移取50.00 mL锆标准贮存溶液(3.2.9.1)于300 mL烧杯中，加入30 mL盐酸(3.2.1)，加