



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.4—2013
代替 GB/T 13748.4—2005

镁及镁合金化学分析方法 第4部分：锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法

**Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 4: Determination of manganese content—
Periodate spectrophotometric method**

[ISO 2353:1972, Magnesium and its alloys—Determination of manganese in magnesium alloys containing zirconium, rare earths, thorium and silver — Periodate photometric method, NEQ、

ISO 809:1973, Magnesium and magnesium alloys—Determination of manganese—Periodate photometric method (Manganese content between 0.01 and 0.8%), NEQ、

ISO 810:1973, Magnesium and magnesium alloys—Determination of manganese—Periodate photometric method (Manganese content less than 0.01%), NEQ]

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
镁及镁合金化学分析方法
第 4 部分:锰含量的测定
高碘酸盐分光光度法

GB/T 13748.4—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:010-51780168

010-68522006

2013 年 10 月第一版

*

书号: 155066·1-47683

版权专有 侵权必究

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 4 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 13748.4—2005《镁及镁合金化学分析方法 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法》。

本部分与 GB/T 13748.4—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；
- 对“方法二”中错误的试剂序号进行了修订。
- 增加了对仲裁方法的规定。

本部分方法一使用重新起草法参考 ISO 2353:1972《镁及镁合金 含锆、稀土、钪和银的镁合金中锰含量的测定 高碘酸盐光度法》，与 ISO 2353:1972 一致性程度为非等效；方法二使用重新起草法参

考 ISO 809:1973《镁及镁合金 介于 0.01%~0.8% 锰含量的测定 高碘酸盐光度法》，与 ISO 809:1973 一致性程度为非等效；方法三使用重新起草法参考 ISO 810:1973《镁及镁合金 小于 0.01% 锰含量的测定 高碘酸盐光度法》，与 ISO 810:1973 一致性程度为非等效。

本部分的“方法一”为锰含量在 0.050%~2.70% 的镁合金(含 Zr、RE、Th、Ag)仲裁方法，“方法二”为锰含量在 0.010%~0.80% 的镁及镁合金(不含 Zr、RE、Th、Ag)仲裁方法，“方法三”为锰含量在 0.000 5%~0.010% 的原生镁锭仲裁方法。

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、洛阳铜加工集团有限责任公司。

本部分方法一主要起草人：薛宁、石磊、夏庆珠、王惠、刘爱菊。

本部分方法二主要起草人：张树朝、吴豫强、石磊、夏庆珠、王惠。

本部分方法三主要起草人：郭永恒、刘战伟、赵春芳、杨晓丽、姚巧萍、阎国庆。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748.2—1992；

——GB/T 13748.4—2005。

镁及镁合金化学分析方法

第4部分:锰含量的测定

高碘酸盐分光光度法

1 范围

GB/T 13748 的本部分规定了镁及镁合金中锰含量的测定方法。

本部分方法一适用于镁合金(含 Zr、RE、Th、Ag)中锰含量的测定。测定范围:0.050%~2.70%。

本部分方法二适用于镁及镁合金(不含 Zr、RE、Th、Ag)中锰含量的测定。测定范围:0.010%~0.80%。

本部分方法三适用于原生镁锭中锰含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.010%。

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

3.1 方法提要

试料以硫酸溶解,在氟硼酸及硝酸存在下,用高碘酸钾将锰(II)氧化至锰(VII)。于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

3.2 试剂

3.2.1 高碘酸钾。

3.2.2 硝酸($\rho=1.40$ g/mL):煮沸 3 min~5 min 或通入二氧化碳气流以除去氮的氧化物。

3.2.3 硫酸(1+3)。

3.2.4 氟硼酸溶液(1+99):取 10 mL 氟硼酸(40%)用水稀释至 1 000 mL。

3.2.5 去还原剂的水:将分析用水加热煮沸,每升用 10 mL 硫酸(3.2.3)酸化,加少许高碘酸钾(3.2.1),继续煮沸约 10 min,冷却。

3.2.6 亚硝酸钠溶液(20 g/L):用时现配。

3.2.7 锰标准贮存溶液:按 3.2.7.1 或 3.2.7.2 制备。

3.2.7.1 取适量电解锰 [$w_{\text{Mn}} \geq 99.9\%$]置于盛有 60 mL~80 mL 硫酸(3.2.3)和约 100 mL 水的烧杯中,摇动数分钟,弃去酸溶液,以水洗涤数次,再用丙酮清洗 1~2 次。在 100 °C 恒温箱中烘干约 2 min,置于干燥器中冷却。称取 1.000 0 g 电解锰于 400 mL 高形烧杯中,加入 40 mL 硫酸(3.2.3),加热溶解,加约 80 mL 水,煮沸数分钟,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.2.7.2 称取 2.877 g 高锰酸钾置于 400 mL 高形烧杯中,用约 200 mL 水溶解,加入 40 mL 硫酸(3.2.3)、适量亚硫酸钠或过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)还原高锰酸,煮沸除去过量的二氧化硫或过氧化