



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.12—2013
代替 GB/T 13748.12—2005

镁及镁合金化学分析方法 第 12 部分：铜含量的测定

**Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Part 12: Determination of copper content**

(ISO 794:1976, Magnesium and magnesium alloys—Determination of copper content—Oxalyldihydrazide photometric method, MOD)

2013-11-27 发布

2014-08-01 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 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 部分和第 15 部分等 9 个部分进行修订。

本部分为第 12 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分代替 GB/T 13748.12—2005《镁及镁合金化学分析方法 铜含量的测定 新亚铜灵分光光度法》。

本部分与 GB/T 13748.12—2005 相比，主要技术变化如下：

- 增加了“方法三：草酰二酰肼分光光度法”；
- 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。

本部分包括 3 个方法，“方法一”是对 GB/T 13748.12—2005《镁及镁合金化学分析方法 铜含量的测定 新亚铜灵分光光度法》中“方法一”的修订；“方法二”是对 GB/T 13748.12—2005《镁及镁合金化

学分析方法 铜含量的测定 新亚铜灵分光光度法》中“方法二”的修订;“方法三”使用翻译法修改采用 ISO 794:1976《镁及镁合金 铜的测定 草酰二酰肼光度法》,为便于使用,“方法三”做了下列编辑性修改:

- 删除相应国际标准的“前言”和“目录”;
- 按照我国国家标准编写的要求,进行了文字处理。

由于本部分中仅“方法三”是对 ISO 国际标准进行采标,因此本部分与 ISO 794:1976 的一致性程度为修改采用。

本部分的“方法一”为铜含量在 0.000 30%~0.200%的镁及镁合金的仲裁方法,“方法二”为铜含量在 2.00%~4.00%的镁及镁合金的仲裁方法。

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。

本部分方法一起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分方法二、方法三起草单位: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:刘英、王爱慈、臧慕文、童坚、汪丽定。

本部分方法二主要起草人:路霞、张元克、张树朝、张爱芬、杨丽梅。

本部分方法三主要起草人:胡璇、匡玉云、张树朝、石磊、薛宁。

本部分所代替标准的历次版本情况为:

- GB/T 13748.12—2005、GB/T 13748.12—1992。
- GB/T 4374.1—1984。

镁及镁合金化学分析方法

第 12 部分:铜含量的测定

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中铜含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中铜含量的测定。方法一测定范围:0.000 30%~0.200%;方法二测定范围:2.00%~4.00%;方法三测定范围:0.002 0%~0.40%。

本部分方法三不适用于含锆的镁合金。

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:低含量铜的测定 新亚铜灵分光光度法

3.1 方法提要

试料用盐酸、过氧化氢溶解,用柠檬酸钠掩蔽 Fe(III),加入盐酸羟胺将铜(II)还原至铜(I),调节溶液酸度至 pH 值为 5,铜与新亚铜灵(2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲)生成的黄色络合物,以三氯甲烷萃取,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。

3.2 试剂

3.2.1 三氯甲烷。

3.2.2 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL),优级纯。

3.2.3 盐酸(1+1),优级纯。

3.2.4 盐酸羟胺溶液(100 g/L),用时现配。

3.2.5 柠檬酸钠溶液(300 g/L)。

3.2.6 氨水(1+1),优级纯。

3.2.7 新亚铜灵(2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲)乙醇溶液(1 g/L)。

3.2.8 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜[$w(\text{Cu})\geq 99.9\%$]于 150 mL 烧杯中,用 15 mL 硝酸($\rho=1.40$ g/mL)溶解,煮沸除去氮的氧化物,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 1 mg 铜。

3.2.9 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液(3.2.8)置于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。

3.2.10 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准溶液(3.2.9)置于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铜。

3.2.11 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准溶液(3.2.10)置于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 铜。