

UDC 546.46.062  
H 12



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.3—92

---

## 镁及镁合金化学分析方法 二甲苯酚橙分光光度法测定锆量

Magnesium and its alloys—  
Determination of zirconium content—  
Xylenol orange spectrophotometric method

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 镁及镁合金化学分析方法 二甲苯酚橙分光光度法测定锆量

GB/T 13748.3—92

### Magnesium and its alloys— Determination of zirconium content— Xylenol orange spectrophotometric method

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了镁合金中锆含量的测定方法。

本标准适用于镁合金中锆含量的测定。测定范围:0.1%~0.7%。

#### 2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
- GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
- GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

#### 3 方法原理

试料用盐酸及氢氟酸分解,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 540 nm 处测量其吸光度。

#### 4 试剂

- 4.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 4.2 氢氟酸( $\rho$ 1.14 g/mL)。
- 4.3 高氯酸( $\rho$ 1.69 g/mL)。
- 4.4 高氯酸 [ $c(\text{HClO}_4)=5.0 \text{ mol/L}$ ]:移取 214 mL 高氯酸(4.3)以水稀释至 500 mL,混匀(需要时标定)。
- 4.5 盐酸(1+1)。
- 4.6 二甲苯酚橙溶液(1 g/L):过滤,贮存于棕色瓶中。
- 4.7 苯胂酸(20 g/L)。
- 4.8 锆标准贮存溶液
  - 4.8.1 制备:称取 1.77 g 氯化锆酰( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )置于 400 mL 烧杯中,加入 100 mL 水及 166 mL 盐酸(4.5)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。
  - 4.8.2 标定:移取 20.0 mL 锆标准贮存溶液(4.8.1)于 500 mL 烧杯中,加水至 300 mL,加入 25 mL 盐酸(4.1)、20 mL 苯胂酸(4.7)使锆沉淀,小心搅拌,加热至沸,再煮沸 10 min。沉淀用中速定量滤纸过滤,用热盐酸(1+5)洗涤沉淀及滤纸 12~15 次。将沉淀和滤纸放入已恒量的瓷坩埚中,烘干、灰化后,在 1 000~1 050℃灼烧 2~3 h,取出,置于干燥器中冷却,称量。重复灼烧至恒量。

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施