



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.15—2013
代替 GB/T 13748.15—2005

镁及镁合金化学分析方法 第 15 部分：锌含量的测定

**Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Part 15: Determination of zinc content**

(ISO 4194:1981, Magnesium alloys—Determination of zinc content
—Flame atomic absorption spectrometric method, NEQ;
ISO 1783:1978, Magnesium alloys—Determination of zinc—Volumetric method, NEQ)

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
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 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 部分等 9 个部分进行修订。

本部分为第 15 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 13748.15—2005《镁及镁合金化学分析方法 锌含量的测定》。

本部分与 GB/T 13748.15—2005 相比，主要技术变化如下：

- 修订了“方法一 火焰原子吸收光谱法”表 1 中稀释体积的错误：锌的质量分数在 0.010%～1.00% 时稀释体积为 50 mL，锌的质量分数在 1.00%～7.00% 时稀释体积为 100 mL；
- “方法一 火焰原子吸收光谱法”测定范围由 0.10%～7.00% 扩展为 0.010%～10.00%；增加了锌的质量分数在 7.00%～10.00% 的试料质量为 0.50g；增加了锌的质量分数在 7.00%～10.00% 的允许差为 0.40%；
- 修改方法二中“方法提要”为“试料以盐酸-过氧化氢溶解，用三正辛胺萃取锌，……”。修改 4.4.4.5 为“……静置分层后将有机相于 1 cm 吸收池中”。修改 4.4.5.2 为“……以试剂空白溶液(不加锌标准溶液者)为参比”；
- 增加“方法三 滴定法”；

- 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；
- 根据标准编写规则将文本进行了编辑性整理；
- 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 13748.15—2005方法一《镁及镁合金化学分析方法 锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法》的重新确认。“方法二”是对GB/T 13748.15—2005方法二《镁及镁合金化学分析方法 锌含量的测定 PAN分光光度法》的重新确认。“方法三”是新增加方法“滴定法”。

本部分方法一使用重新起草法参考ISO 4194:1981《镁合金 锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法》修订，与ISO 4194:1981一致性程度为非等效。

本部分方法二使用重新起草法参考ISO 1783:1973《镁合金 锌含量的测定 滴定法》修订，与ISO 1783:1973一致性程度为非等效。

本部分的“方法一”为锌含量在0.10%~7.00%的镁合金仲裁方法，“方法二”为锌含量在0.005 0%~0.100%的镁及镁合金仲裁方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC243)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：中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分方法二起草单位：东北轻合金有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院、宁夏华源冶金实业有限公司。

本部分方法三起草单位：东北轻合金有限责任公司。

本部分方法一起草人：冯敬东、王淑华、马文民、张炜华。

本部分方法二起草人：周兵、马金萍、冷晓微、石磊、王秀荣、张炜华、丁洪涛。

本部分方法三起草人：李文志、刘双庆、崔爽、赵世卓、张红霞、石尤、施立新。

本部分所代替标准的历次版本情况为：

- GB/T 13748.15—2005、GB/T 13748.15—1992。

镁及镁合金化学分析方法

第 15 部分: 锌含量的测定

1 范围

本部分规定了镁及镁合金中锌含量的测定方法。

本部分方法一适用于镁及镁合金中锌含量的测定。方法一测定范围为 0.10%~10.00%。

本部分方法二适用于原生镁锭中锌含量的测定。测定范围为 0.005 0%~0.100%。

本部分方法三适用于镁及镁合金(不含镉)中锌含量的测定。测定范围为 0.10%~8.0%。

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 火焰原子吸收光谱法

3.1 方法提要

试样用盐酸、过氧化氢和氢氟酸分解,以空气-乙炔贫燃性火焰、于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处测量锌的吸光度。

3.2 试剂

3.2.1 镁 [$w(\text{Mg}) \geq 99.9\%$, 不含锌]。

3.2.2 盐酸 ($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.2.3 氢氟酸 ($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$)。

3.2.4 过氧化氢 ($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

3.2.5 锌标准储存溶液:按下述方法之一制备。

3.2.5.1 称取 1.000 0 g 金属锌 [$w(\text{Zn}) \geq 99.9\%$] 置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 50 mL 水,加入 25 mL 盐酸(3.2.2),低温加热使其完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

3.2.5.2 称取 1.260 0 g 基准试剂氧化锌(预先在 1 000 °C 灼烧 1h,并于干燥器中冷却至室温)置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 25 mL 盐酸(3.2.2)溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

3.2.6 锌标准溶液 A:移取 10.00 mL 锌标准储存溶液(3.2.5)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 锌。

3.2.7 锌标准溶液 B:移取 10.00 mL 锌标准储存溶液(3.2.5)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 锌。

3.2.8 镁基体溶液(1 mg/mL):称取 1.000 0 g 镁(3.2.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 50 mL 水,分次加入总量为 20 mL 盐酸(3.2.2),低温加热使其完全溶解。加入 5 滴过氧化氢,煮沸 5 min,冷