

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 铜试剂分离-二甲苯胺蓝Ⅱ 光度法测定镁量

GB/T 223.45—94

代替 GB 223.45—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The cupral separation-xylidyl blue Ⅱ photometric method
for the determination of magnesium content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用铜试剂分离-二甲苯胺蓝Ⅱ光度法测定镁量。

本标准适用于球墨铸铁中镁量的测定。测定范围:0.010%~0.10%。

2 方法提要

试样以稀硝酸溶解,加高氯酸蒸发至冒烟,在大于 pH 6.5 的溶液中,用铜试剂沉淀分离共存的干扰元素,在氨性介质中镁与二甲苯胺蓝Ⅱ生成红色配合物,测量其吸光度。

移取液中钙、锶量小于 20 μg,钡量小于 1 mg 不干扰测定。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 硝酸(1+4)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 氨水(1+1)。

3.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液(10%)。用时配制,为防止试剂分解,配制后加数滴氨水(3.5)调至 pH 9~10。

3.7 三乙醇胺溶液(1+1)。

3.8 缓冲溶液:称取 7 g 氯化铵于烧杯中,用少量水溶解,加入 500 mL 氨水(3.4),用水稀释至 1 L,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

3.9 1-偶氮-2-羟基-3-(2,4-二甲基羰酰基苯胺)-萘-1-(2-羟苯)(二甲苯胺蓝Ⅱ)溶液(0.007%):称取 70 mg 二甲苯胺蓝Ⅱ,置于 250 mL 烧杯中。加少量无水乙醇润湿,用玻璃棒捣成糊状,加入 150 mL 无水乙醇,置于 60~80℃ 水浴中,搅拌,待大部分试剂溶解后,取下放置至溶液澄清,将清液过滤于盛有 100 mL 无水乙醇的 1 L 容量瓶中。烧杯中不溶试剂按上述步骤反复操作至全部溶解,然后用无水乙醇稀释至刻度,混匀。

3.10 镁标准溶液

3.10.1 称取 0.165 9 g 预先在高温炉内 850℃ 灼烧 30 min,并在干燥器中冷却至室温的氧化镁

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施

(99.9%以上),置于150mL烧杯中,加入10mL盐酸(1+1),使之溶解,移入1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含100.0μg镁。

3.10.2 移取25.00mL镁标准溶液(3.10.1)置于250mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含10.0μg镁。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取0.5000g试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于150mL锥形瓶中,加入25~30mL硝酸(3.2),加热溶解,加入5mL高氯酸(3.3),待试样全溶后冷却至室温,移入50mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.3.2 移取10.00mL溶液,置于100mL锥形瓶中,加热蒸发冒高氯酸烟至近干(冒烟时随时转动锥形瓶,以防止局部干涸)。

4.3.3 稍冷,沿瓶壁加入25.0mL水,温热至40℃使盐类溶解,在不断摇动下加入25.0mL铜试剂溶液(3.6),放置5~10min(含锰量大于2%时应放置15min),用慢速滤纸干过滤。

4.3.4 移取5.00mL溶液,置于25mL容量瓶中。

4.3.5 加入2mL三乙醇胺溶液(3.7),混匀,加入5mL缓冲溶液(3.8),10.0mL二甲苯胺蓝Ⅱ溶液(3.9),以水稀释至刻度,混匀。放置10min(室温低于15℃,放置15~20min)。

4.3.6 将部分溶液移入2cm吸收皿中,以随同试样所做空白试验溶液为参比液,在分光光度计上于波长515nm处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的镁量。

注:用过的吸收皿及容量瓶需用乙醇洗涤,以除去附着在壁上的颜色。

4.4 工作曲线的绘制

称取0.1000g不含镁的生铁或纯铁7份,分别置于一组100mL锥形瓶中,各加入5~8mL硝酸(3.2),加热溶解,分别加入0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL镁标准溶液(3.10.2),加入1.0mL高氯酸(3.3),继续加热蒸发冒高氯酸烟至近干。以下按4.3.3~4.3.5进行。将部分溶液移入2cm吸收皿中,以补偿溶液(零浓度镁标准溶液)为参比液,在分光光度计上于波长515nm处,测量其吸光度。以所得的各显色液的吸光度值为纵坐标,对应于相应的镁量为横坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算镁的百分含量:

$$\text{Mg}(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得镁量,g;

V ——试液总体积,mL;

m ——试样量,g;

V_1 ——分取试液的体积,mL。

6 精密度

本标准的精密度是在1992年选择7个水平由7个实验室共同试验结果确定的,精密度见下表。