

粘土、高铝质耐火材料化学分析方法
二甲苯胺蓝 I - 溴化十六烷基三甲铵
光度法测定氧化镁量

UDC 666.76:543
.06

GB 6900.7-86

Friecly and high-alumina refractories
—Determination of magnesium oxide content
—Xylidyl blue I -CTAB photometric method

本标准适用于粘土耐火制品、高铝质耐火材料中氧化镁量的测定。

测定范围：0.050~2.00%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用混合熔剂熔融，盐酸浸取。以六次甲基四胺除去大量铝、钛和铁，在pH10的氨性介质中，以CyDTA-Ca、三乙醇胺-四乙烯五胺掩蔽锰和重金属离子，镁与二甲苯胺蓝 I、溴化十六烷基三甲铵生成有色络合物，于分光光度计波长520 nm处，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 混合熔剂：1.5份无水碳酸钠，1.5份无水碳酸钾与0.7份硼酸混匀研细，贮于磨口瓶中。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 盐酸（1+2）。

2.4 氨水（ ρ 0.90g/ml）。

2.5 氨水（1+1）。

2.6 六次甲基四胺溶液（20%）。

2.7 环己烷二胺四乙酸-钙（CyDTA-Ca）溶液：

称取0.866g CyDTA于烧杯中，加50ml水，稍加热，取下，滴加氨水（2.5）至溶解。

称取0.500g 碳酸钙于烧杯中，加10ml 盐酸（2.3）溶解。

将上述两种溶液混合后，用水稀释至500ml，以中性红溶液（0.1%）为指示剂，滴加氨水（2.5）至刚变黄色。

2.8 三乙醇胺-四乙烯五胺混合液：85ml 三乙醇胺和10ml 四乙烯五胺混合后，用水稀释至500ml。

2.9 溴化十六烷基三甲铵（CTAB）溶液（1.5%）：将3g CTAB溶于200ml 无水乙醇中。

2.10 氨-氯化铵缓冲溶液（pH10）：将67.5g 氯化铵溶于570ml 氨水（2.4）中，用水稀释至1000ml，混匀。

2.11 二甲苯胺蓝 I 溶液（0.040%）：将0.40g 二甲苯胺蓝 I 溶于1000ml 水中，充分混匀，放置一天后使用。

2.12 氧化镁标准贮存溶液：称取0.1000g 预先在1000℃ 灼烧过的氧化镁（基准试剂）于150ml 烧杯中，加10ml 盐酸（2.3）溶解，移入1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml 含100.0 μ g 氧化镁。