



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.45—94

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

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

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

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,在碱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 pH9~10。

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-(2,4-二甲基苯酰基苯胺)-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150 mL烧杯中,加入10 mL盐酸(1+1),使之溶解,移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100.0 μg 镁。

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

4 分析步骤

4.1 试样量

称取0.500 0 g 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150 mL锥形瓶中,加入25~30 mL 硝酸(3.2),加热溶解,加入5 mL 高氯酸(3.3),待试样全溶后冷却至室温,移入50 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.3.2 移取10.00 mL溶液,置于100 mL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25.0 mL水,温热至40℃使盐类溶解,在不断摇动下加入25.0 mL铜试剂溶液(3.6),放置5~10 min(含锰量大于2%时应放置15 min),用慢速滤纸干过滤。

4.3.4 移取5.00 mL溶液,置于25 mL容量瓶中。

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

4.3.6 将部分溶液移入2 cm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515 nm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0.100 0 g不含镁的生铁或纯铁7份,分别置于一组100 mL锥形瓶中,各加入5~8 mL 硝酸(3.2),加热溶解,分别加入0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 镁标准溶液(3.10.2),加入1.0 mL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2 cm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515 nm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。

GB/T 223.45—94

水平范围, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.010~0.070 0%	$r=0.001\ 990+0.027\ 73m$	$R=0.002\ 831+0.049\ 98m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附 录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

数据 实验室	水 平	1	2	3	4	5	6	7
1		0.012 0	0.020 0	0.030 0	0.041 0	0.056 0	0.059 0	0.073 0
		0.012 0	0.019 0	0.029 0	0.040 0	0.055 0	0.060 0	0.071 0
		0.012 0	0.019 0	0.029 0	0.040 0	0.054 0	0.060 0	0.071 0
2		0.010 0	0.019 8	0.032 0	0.040 9	0.051 2	0.060 0	0.070 6
		0.010 0	0.019 8	0.031 6	0.040 7	0.051 7	0.060 0	0.071 0
		0.009 5	0.019 8	0.031 9	0.040 9	0.051 7	0.059 8	0.070 6
3		0.010 0	0.020 0	0.030 0	0.040 0	0.051 2	0.060 0	0.068 8
		0.010 0	0.019 2	0.030 0	0.041 6	0.051 2	0.062 0	0.069 2
		0.010 0	0.019 6	0.030 0	0.041 0	0.053 0	0.062 0	0.071 0
4		0.008 2	0.015 8	0.029 0	0.040 0	0.054 5	0.061 5	0.071 3
		0.007 8	0.018 7	0.030 1	0.041 0	0.052 3	0.062 0	0.069 0
		0.010 5	0.018 5	0.032 0	0.041 5	0.055 4	0.062 0	0.072 4
5		0.008 4	0.019 6	0.031 4	0.042 9	0.054 7	0.064 9	0.070 7
		0.010 3	0.020 5	0.032 3	0.042 2	0.054 4	0.063 3	0.072 6
		0.009 7	0.020 3	0.032 3	0.043 7	0.056 3	0.068 4	0.074 0
6		0.010 0	0.021 0	0.032 0	0.038 0	0.056 0	0.062 0	0.072 0
		0.011 0	0.019 0	0.028 0	0.037 0	0.052 0	0.064 0	0.067 0
		0.010 0	0.022 0	0.032 0	0.038 0	0.056 0	0.064 0	0.070 0
7		0.010 4	0.022 0	0.030 8	0.039 2	0.059 6	0.060 0	0.069 6
		0.008 4	0.021 0	0.030 2	0.043 0	0.056 8	0.061 6	0.070 6
		0.009 3	0.019 8	0.032 2	0.042 3	0.058 0	0.058 0	0.071 7

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部湘潭钢铁公司和钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人刘顺华、戈儒彬。

本标准水平等级标记 GB/T 223.45—94 I

(京)新登字 023 号

GB/T 223.45—94

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

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字
1995 年 4 月第一版 1995 年 4 月第一次印刷
印数 1—2 500

*

书号: 155066·1-11423 定价 8.00 元

*

标 目 261—62



GB/T 223.45-1994