



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-xylydyl 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 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