



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.1~13748.10—92

镁及镁合金化学分析方法

Methods for chemical analysis
of magnesium and magnesium alloys

1992-11-05发布

1993-06-01实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

镁及镁合金化学分析方法

依来铬氰蓝 R 分光光度法测定铍量

GB/T 13748.7-92

Magnesium and its alloys—
Determination of beryllium content—
Solochrome cyanine R spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镁合金中铍含量的测定方法。

本标准适用于镁合金中铍含量的测定。测定范围:0.005%~0.02%。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试样以盐酸溶解。以乙二胺四乙酸二钠和酒石酸钠为掩蔽剂,在 pH9.6 的溶液中,铍与依来铬氰蓝 R、溴化十六烷基三甲基铵形成三元络合物。于分光光度计波长 558 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。
4.2 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。
4.3 盐酸(1+1)。
4.4 氨水(1+1)。
4.5 乙二胺四乙酸二钠(100 g/L)。
4.6 酒石酸钠溶液(100 g/L)。
4.7 依来铬氰蓝 R(简称 SCR,分子式为 $C_{22}H_{15}O_9SN_3$)溶液(2 g/L):称取 0.500 g SCR 置于烧杯中,加入 4 mL 硝酸(1+1),搅匀,加水使之完全溶解。过滤于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
4.8 溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)溶液(3 g/L):称取 0.75 g CTMAB 溶解于约 200 mL 温水中,冷却。加入 10 mL 无水乙醇,过滤于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
4.9 氨水-硝酸铵缓冲溶液(pH9.6):称取 45 g 硝酸铵溶解于约 400 mL 水中,加入 65 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL),混匀。在酸度计上用氨水(4.4)或硝酸(1+1)调节至 pH9.6,移入 500 mL 容量瓶中。
4.10 镁溶液(10 g/L):称取 2.500 g 金属镁(99.5%,不含铍),置于 500 mL 烧杯中,盖上表皿。分次加入总量为 75 mL 盐酸(4.3),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,冷却。移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.11 铍标准贮存溶液:

4.11.1 配制:称取 0.500 g 硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶解于约 50 mL 水中,过滤于 250 mL 容量瓶中,加入 85 mL 盐酸(4.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 约含 100 μg 铍。

4.11.2 标定:移取 50.0 mL 铍标准贮存溶液(4.11.1)于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 水,加热煮沸,取下。加 4 mL EDTA 溶液(10 g/L)、3 滴麝香草酚蓝乙醇溶液(1 g/L),滴加氨水(4.4)至溶液呈明显的蓝色并过量 5 滴,加热至微沸,在近沸下保温 30 min,取下,放置 12 h 以上。用中速定量滤纸过滤,以氨水(5+95)洗涤烧杯 5~3 次、沉淀 7~8 次。将沉淀连同滤纸移入已恒量的瓷坩埚中,干燥、灰化,于 1 000°C 灼烧 45 min,取出,稍冷。置于干燥器中冷却至室温后称量,重复灼烧至恒量。

4.11.3 计算:

按公式(1)计算铍标准贮存溶液的浓度:

$$\text{Be}(\mu\text{g}/\text{mL}) = \frac{m \times 0.3603}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m ——灼烧后沉淀的质量, μg ;

V ——移取铍标准贮存溶液(4.11.1)的体积, mL;

0.3603——氧化铍换算为铍的因数。

4.12 铍标准溶液:移取适量的铍标准贮存溶液(4.11.1)于 500 mL 容量瓶中,加 167 mL 盐酸(4.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铍。

4.13 铍标准溶液:移取 25.0 mL 铍标准溶液(4.12)于 250 mL 容量瓶中,加 75 mL 盐酸(4.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 μg 铍。

4.14 对硝基苯酚溶液(2 g/L)。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.500 0 g 试样。

6.2 空白试验

移取 2.0 mL 镁溶液(4.10)于 50 mL 容量瓶中,以下按 6.3.3 条进行。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿。分次加入总量为 25 mL 盐酸(4.3),待剧烈反应停止后,加入 1 滴过氧化氢(4.2),加热使试料完全溶解,取下,冷却。

注:含铈的镁合金,加入 2 滴氢氟酸(4.1),加热使试料完全溶解。

6.3.2 移入(若浑浊,需过滤)250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移取 10.0 mL 试液于 50 mL 容量瓶中。

6.3.3 加入 2 mL 酒石酸钠溶液(4.6)、6 mL EDTA 溶液(4.5)、1 滴对硝基苯酚溶液(4.14),用氨水(4.4)调节至溶液呈浅黄色并过量 1.5 mL。加入 4 mL 氨水-硝酸铵缓冲溶液(4.9)、4 mL CTMAB 溶液(4.8),缓慢混匀,放置 5 min。在不断摇动下加入 5 mL SCR 溶液(4.7),混匀,放置 5 min。以水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

6.3.4 将部分溶液(6.3.3)移入 1 cm 吸收皿中,以空白试验(6.2)的溶液为参比,于分光光度计波长 558 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铍量。

GB/T 13748.7—92

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.0 mL 铍标准溶液(4.13)于一组 50 mL 容量瓶中, 加入 2.0 mL 镁溶液(4.10), 以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入 1 cm 吸收皿中, 以补偿溶液(未加铍标准溶液者)为参比, 于分光光度计波长 558 nm 处测量其吸光度。以铍量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算铍的百分含量:

$$\text{Be}(\%) = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得铍的质量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

铍 含 量	允 许 差
0.005 0~0.007 5	0.000 7
>0.007 5~0.010 0	0.001 0
>0.010 0~0.015 0	0.001 2
>0.015 0~0.020 0	0.001 4

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由东北轻合金加工厂、郑州轻金属研究院负责起草。

本标准由东北轻合金加工厂起草。

本标准主要起草人郭清溪、高永勤、许国臣。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部标准 YB 903—78《变形镁合金化学分析方法》作废。