



中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 614.2—2011

钆镁合金化学分析方法 第2部分：镁量的测定 EDTA 滴定法

Chemical analysis method of gadolinium-magnesium alloy—
Part 2: Determination of magnesium content—
EDTA titrimetry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

XB/T 614《钕镁合金化学分析方法》共分 6 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：镁量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：碳量的测定 高频-红外吸收法；
- 第 4 部分：氟量的测定 水蒸气蒸馏分光光度法；
- 第 5 部分：稀土杂质量的测定；
- 第 6 部分：铝、钙、铜、铁、镍、硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 2 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分负责起草单位：包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：包头稀土研究院。

本部分参加起草单位：江西赣州虔东稀土集团股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人：李建亭、赵静、崔爱端、姚南红、陈婕、朱霓、曹新丽、刘芳、刘荣丽、崔益新、杨萍、陈云红。

钕镁合金化学分析方法

第 2 部分: 镁量的测定

EDTA 滴定法

1 范围

XB/T 614 的本部分规定了钕镁合金中镁量的测定方法。

本部分适用于钕镁合金中镁量的测定。测定范围为 10.00%~85.00%。

2 方法原理

试样以盐酸溶解,经氨水分离稀土,在 pH=10 时,以铬黑 T 为指示剂,以 EDTA 标准溶液滴定镁量。

3 试剂和材料

3.1 氯化铵。

3.2 氨水(1+1)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 氨水-氯化铵洗液(20 g/L):2 g 氯化铵溶于 100 mL 水中,用氨水(3.2)调至 pH 值=9~10。

3.5 铬黑 T 指示剂:取 1 g 铬黑 T 指示剂与 99 g 氯化钠固体研磨,混匀烘干,保存于磨口瓶中备用。

3.6 氨性缓冲溶液:称取 67.5 g 氯化铵溶于水中,加 570 mL 氨水,用水稀释至 1 L,混匀。

3.7 氯化铁溶液(2 g/L)。

3.8 镁标准溶液:准确称取 0.414 6 g 高纯氧化镁,以 5 mL 盐酸(3.3)溶解,移入 250 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含镁 1 mg。

3.9 六次甲基四胺:200 g 六次甲基四胺溶于 200 mL 水中,溶解后加 70 mL 盐酸(3.3),用水稀释至 1 L。

3.10 二甲酚橙(1 g/L)。

3.11 锌标准溶液(0.030 58 mol/L):称取 0.500 0 g 纯锌(>99.9%)于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 水,10 mL 盐酸(3.3),低温加热至完全溶解。溶液移入 250 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。

3.12 EDTA 标准溶液[$c_{(\text{EDTA})} \approx 0.03 \text{ mol/L}$]。

3.12.1 配制:称取 2.2 g EDTA 于 250 mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.12.2 标定:移取 20.00 mL 锌标准溶液(3.11)于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL 水,用盐酸(3.3)或氨水(3.2)调节溶液 pH 为 5~5.5,加 5 mL 六次甲基四胺(3.9),2 滴二甲酚橙(3.10),用 EDTA 标准溶液(3.12)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即为终点。平行标定 3 份,所消耗 EDTA 标准溶液(3.12)体积的极差值应不超过 0.10 mL,取其平均值。

按公式(1)计算 EDTA 标准溶液(3.12)的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$