



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.14—2005
代替 GB/T 13748.9—1992

镁及镁合金化学分析方法 镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys
—Determination of nickel content
—Dimethylglyoxime trophotometric method

(NEQ ISO 4058:1977)

2005-07-26 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准共分为 19 部分,包括 20 个元素的 25 项化学分析方法。

本标准是对 GB/T 13748.1~13748.10—1992 的修订,本次修订主要有如下变化:

- 根据新的国家标准 GB/T 3499—2003《原生镁锭》、GB/T 5153—2004《变形镁及镁合金牌号和化学成分》、GB/T 19078—2003《铸造镁合金锭》以及相关的国际标准和国外标准的规定,本次修订新增分析方法 12 项,其中增加了 10 个元素的分析方法,分别为:Sn(GB/T 13748.2)、Li(GB/T 13748.3)、Y(GB/T 13748.5)、Ag(GB/T 13748.6)、Pb(GB/T 13748.13)、Ca(GB/T 13748.16)、K 和 Na(GB/T 13748.17)、Cl(GB/T 13748.18)、Ti(GB/T 13748.19)、以及锰含量的测定(GB/T 13748.4 的方法三)、高含量铜的测定(GB/T 13748.12 的方法二)、低含量锌的测定(GB/T 13748.15 的方法二)。
- 重新起草了铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法测定铝含量(GB/T 13748.2 的方法二)、重量法测定稀土含量(GB/T 13748.8)。
- 对二甲苯酚橙分光光度法测定钴含量进行了修订并扩展了测定范围(GB/T 13748.7)。
- 扩展了锰(GB/T 13748.4 的方法一)、铁(GB/T 13748.9)、硅(GB/T 13748.10)、铍(GB/T 13748.11)、铜(GB/T 13748.12)、镍(GB/T 13748.14)等元素的测定范围。
- 《8-羟基喹啉分光光度法测定铝含量》(GB/T 13748.1 的方法一)、《8-羟基喹啉重量法测定铝含量》(GB/T 13748.1 方法三)、《高碘酸盐分光光度法测定锰含量方法二》(GB/T 13748.4 的方法二)、《火焰原子吸收光谱法测定锌含量》(GB/T 13748.15)为编辑性整理后予以确认的方法。

本标准修订后代替了 GB/T 4374—1984《镁粉和铝镁合金粉化学分析方法》中的相关部分,即 GB/T 13748.9、GB/T 13748.10、GB/T 13748.12、GB/T 13748.18 分别代替 GB/T 4374.2—1984、GB/T 4374.3—1984、GB/T 4374.1—1984、GB/T 4374.5—1984。

本标准共有 7 个部分的 9 项分析方法非等效采用国际标准,分别为:

- GB/T 13748.1;NEQ ISO 791;1973;
- GB/T 13748.4;NEQ ISO 2353;1972、ISO 809;1973、ISO 810;1973;
- GB/T 13748.8;NEQ ISO 2355;1972;
- GB/T 13748.9;NEQ ISO 792;1973;
- GB/T 13748.10;NEQ ISO 1975;1973;
- GB/T 13748.14;NEQ ISO 4058;1977;
- GB/T 13748.15;NEQ ISO 4194;1981。

本标准中采用国际标准的各部分,其标准名称和标准文本结构为了与系列标准协调一致,均与所采用的国际标准不完全相同。

本标准代替 GB/T 13748.1~13748.10—1992。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、北京有色金属研究总院、洛阳铜加工集团有限责任公司

GB/T 13748. 14—2005

司、抚顺铝厂、西南铝业(集团)有限责任公司、东北轻合金有限责任公司起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748. 1~13748. 10—1992、GB/T 4374. 1~4374. 3—1984、GB/T 4374. 5—1984。

前 言

GB/T 13748—2005 共分为 19 部分,本部分为第 14 部分。

本部分是对 GB/T 13748. 9—1992 的修订,测定范围由 0. 000 5%~0. 05%修订为 0. 000 2%~0. 050%,并进行了编辑性整理。

本部分非等效采用国际标准 ISO 4058:1977《镁和镁合金—镍含量的测定—丁二酮肟分光光度法》。

本部分代替 GB/T 13748. 9—1992。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由西南铝业(集团)有限责任公司起草。

本部分主要起草人:陈雄立、邓兰洪、谭家英、崔纪红。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13748. 9—1992。

镁及镁合金化学分析方法

镍含量的测定

丁二酮肟分光光度法

1 范围

本部分规定了镁合金中镍含量的测定方法。

本部分适用于镁合金中镍含量的测定。测定范围,0.000 2%~0.050%。

2 方法提要

试剂用盐酸和硝酸溶解。以盐酸羟胺、柠檬酸和硫脲为掩蔽剂。用三氯甲烷萃取镍与丁二酮肟生成的络合物。然后用稀盐酸反萃取,使镍进入水相。用溴水氧化并在氨性溶液中加入丁二酮肟显色。于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。
- 3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.4 三氯甲烷。
- 3.5 盐酸(1+19)。
- 3.6 氨水(1+19)。
- 3.7 柠檬酸溶液(300 g/L)。
- 3.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。
- 3.9 硫脲溶液(100 g/L)。
- 3.10 溴水饱和溶液。
- 3.11 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L)。
- 3.12 镍标准贮存溶液:称取 1.000g 金属镍[$w(\text{Ni})\geq 99.9\%$]置于 300 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 10 mL 水和 10 mL 硝酸(3.2),加热至完全溶解。加入 10 mL 盐酸(3.1)小心蒸干,再用 10 mL 盐酸(3.1)重复蒸干一次。用水溶解盐类,加热使盐类完全溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。
- 3.13 镍标准溶液:移取 8.00 mL 镍标准贮存溶液(3.12)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.08 mg 镍。
- 3.14 镍标准溶液:移取 5.00 mL 镍标准溶液(3.13)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.04 mg 镍。
- 3.15 溴百里酚蓝溶液(1 g/L):称取 0.100 g 溴百里酚蓝溶于 5 mL 乙醇中,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.0 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 50 mL 水,缓慢地加入 7.5 mL 盐酸(3.1)和 2 mL 硝酸(3.2)。待剧烈反应停止后,加热使试料完全溶解。继续煮沸 2 min~3 min,取下,冷却。将试液移入(需要时先过滤)250 mL 烧杯中。控制试液体积约为 40 mL。

镍的质量分数大于 0.007 0%时,将试液移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取试液于 250 mL 烧杯中,浓缩或稀释使试液体积约为 40 mL。

表 1

镍的质量分数/%	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 2~0.007 0	—	全部
>0.007 0~0.020	100	20
>0.020~0.050	100	10

6.4.2 加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(3.8)、20 mL 柠檬酸溶液(3.7)、10 mL 硫脲溶液(3.9)和 3~5 滴溴百里酚蓝溶液(3.15),用氨水(3.3)中和至溶液变为蓝色并过量 0.5 mL,加入 5 mL 丁二酮肟乙醇溶液(3.11)(如溶液混浊,则过滤)。将溶液移入 250 mL 分液漏斗中,冷却。

6.4.3 加 10 mL 三氯甲烷(3.4),振荡 1 min,静置分层,将有机相移入第 2 个 125 mL 分液漏斗中,于水相中加入 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.4)。不振荡,将有机相合并入第 2 个分液漏斗中。于水相中再加入 5 mL 三氯甲烷(3.4),振荡 30 s,静置分层。将有机相合并入第 2 个分液漏斗中。于水相中再加入 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.4)。不振荡,将有机相再合并入第 2 个分液漏斗中,弃去水相。

6.4.4 于盛有有机相的第 2 个分液漏斗中,加入 20 mL 氨水(3.6),振荡 30 s,静置分层,将有机相移入第 3 个 125 mL 分液漏斗中。于盛有水相的分液漏斗中加 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.4),不振荡,将有机相合并入第 3 个分液漏斗中。往盛有水相的分液漏斗中加入 5 mL 三氯甲烷(3.4),振荡 30 s,静置分层,将有机相合并入第 3 个分液漏斗中,弃去水相。

6.4.5 于盛有有机相的第 3 个分液漏斗中,加入 10 mL 盐酸(3.5),振荡 1 min,静置分层。将有机相移入第 4 个 125 mL 分液漏斗中。于盛有水相的分液漏斗中加 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.4),不振荡,将有机相合并入第 4 个分液漏斗中。重复用 10 mL 盐酸(3.5)处理有机相,弃去有机相。将所有的水相合并到同一分液漏斗中。于水相中加入 5 mL 三氯甲烷(3.4),振荡 30 s,静置分层,小心弃去有机相。

6.4.6 将水相移入 50 mL 容量瓶中,加 1 mL 溴水饱和溶液(3.10),静置 15 min。在摇动下缓慢滴加氨水(3.3)至溶液的颜色消失并过量 2 mL。将溶液冷却至 30℃ 以下。加入 2 mL 丁二酮肟乙醇溶液(3.11),以水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

6.4.7 将部分溶液(6.4.6)移入 2 cm~5 cm 吸收池中,以随同试料所做的空白试验溶液(6.3)为参比,于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度(在 20 min 内测量完毕),从工作曲线上查出相应的镍量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00 mL 镍标准溶液(3.14), 于一组 50 mL 容量瓶中, 加 20 mL 盐酸(3.5), 用水稀释至约 40 mL, 以下按 6.4.6 条进行。

6.5.2 将部分标准溶液(6.5.1)移入 2 cm~5 cm 吸收池中, 以试剂空白溶液为参比, 于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度(在 20 min 内测量完毕), 以镍量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算镍的质量分数(%):

$$w(\text{Ni}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的镍量, 单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积, 单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量, 单位为克(g);

V_1 ——分取试液的体积, 单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值, 在以下给出的范围内, 这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r), 超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

镍的质量分数/%:	0.000 50	0.003 5	0.040
重复性限(r)/%:	0.000 06	0.000 3	0.003

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

镍的质量分数/%	允许差/%
0.000 2~0.000 5	0.000 1
>0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.001 0
>0.005 0~0.010 0	0.001 5
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.050	0.005

9 质量保证和控制

在分析时, 应用标准样品或控制样品进行校核, 或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时, 应找出原因。纠正错误后, 重新进行校核。