



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

丁二酮肟分光光度法测定镍量

GB/T 13748.9-92

Magnesium and its alloys—
Determination of nickel content—
Dimethylglyoxime spectrophotometric method

本标准等效采用国际标准 ISO 4058—1977《镁及镁合金——镍量的测定——丁二酮肟分光光度法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镁及镁合金中镍含量的测定方法。

本标准适用于镁及镁合金中镍含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.05%。

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。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

4.4 三氯甲烷。

4.5 盐酸(1+19)。

4.6 氨水(1+19)。

4.7 柠檬酸溶液(300 g/L)。

4.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

4.9 硫脲溶液(100 g/L)。

4.10 溴水饱和溶液。

4.11 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L)。

4.12 镍标准贮存溶液:称取 1.000 g 金属镍(>99.8%)置于 300 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 10 mL

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施

水和 10 mL 硝酸(4.2),加热至完全溶解。加入 10 mL 盐酸(4.1)小心蒸干,再用盐酸 10 mL(4.1)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。

4.13 镍标准溶液:移取 10.0 mL 镍标准贮存溶液(4.12)于 100 mL 容量瓶中。以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 镍。

4.14 镍标准溶液:移取 5.00 mL 镍标准溶液(4.13)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 镍。

4.15 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。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.000 g 试样。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿。加 50 mL 水,缓缓加入 7.5 mL 盐酸(4.1)和 2 mL 硝酸(4.2)。待剧烈反应停止后,加热使试料完全溶解。继续煮沸 2~3 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。

镍含量大于 0.01%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

镍含量,%	试液总体积,mL	分取试液体积,mL
0.000 5~0.01	—	全量
>0.01~0.02	100	50.0
>0.02~0.05	100	20.0

6.3.2 加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(4.8)、20 mL 柠檬酸溶液(4.7)、10 mL 硫脲溶液(4.9)和 3~5 滴溴百里酚蓝溶液(4.15),用氨水(4.3)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(4.11)。将溶液移入 250 mL 分液漏斗中,冷却。

6.3.3 加 10 mL 三氯甲烷(4.4),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 1~2 mL 三氯甲烷(4.4)。不振荡,将有机相合并入第 2 个分液漏斗中。于水相中再加 5 mL 三氯甲烷(4.4),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 1~2 mL 三氯甲烷(4.4)。不振荡将有机相再合并入第 2 个分液漏斗中,弃去水相。

6.3.4 于盛有有机相的第 2 个分液漏斗中,加 20 mL 氨水(4.6),振荡 30 s,静置分层,将有机相放入第 3 个 125 mL 分液漏斗中。于盛有水相的分液漏斗中加 1~2 mL 三氯甲烷(4.4),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 5 mL 三氯甲烷(4.4),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。

GB/T 13748.9-92

6.3.5 于盛有有机相的第3个分液漏斗中,加10 mL 盐酸(4.5),振荡1 min,静置分层,将有机相放入第4个125 mL 分液漏斗中。于盛有水相的分液漏斗中加1~2 mL 三氯甲烷(4.4),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(4.5)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(4.4),振荡30 s,静置分层,小心弃去有机相。

6.3.6 将水相移入50 mL 容量瓶中,加1 mL 溴水饱和溶液(4.10),静置15 min。在摇动下缓慢滴加氨水(4.3)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(4.11),以水稀释至刻度,混匀。放置10 min。

6.3.7 将部分溶液(6.3.6)移入2~5 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。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0.100,2.00,5.00,10.0,15.0,20.0 mL 镍标准溶液(4.14),于一组50 mL 容量瓶中,加20 mL 盐酸(4.5),用水稀释至约40 mL,以下按6.3.6条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入2~5 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,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 分析结果的计算与表述

按下式计算镍的百分含量:

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

式中: m_1 ——自工作曲线上查得镍的质量, 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¹⁾

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 含 量	允 许 差
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	0.001 5
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.050	0.005

采用说明:

1) ISO 4058-1977 无允许差。

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。

本标准由西南铝加工厂起草。

本标准主要起草人崔纪红。

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》、YB 87—76《镁化学分析方法》作废。