



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锆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

试料用盐酸和硝酸溶解。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。