



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.14—2013  
代替 GB/T 13748.14—2005

---

## 镁及镁合金化学分析方法 第 14 部分：镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法

**Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys**  
**—Part 14: Determination of nickel content**  
**—Dimethylglyoxime trophotometric method**

(ISO 4058:1977, Magnesium and its alloys—Determination of nickel  
—Photometric method using dimethylglyoxime, NEQ)

2013-11-27 发布

2014-08-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
镁及镁合金化学分析方法  
第 14 部分：镍含量的测定  
丁二酮肟分光光度法

GB/T 13748.14—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: [www.gb168.cn](http://www.gb168.cn)

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2014 年 4 月第一版

\*

书号: 155066 · 1-48234

版权专有 侵权必究

## 前 言

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》分为 22 部分：

- 第 1 部分：铝含量的测定；
- 第 2 部分：锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法；
- 第 3 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第 5 部分：钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：锆含量的测定；
- 第 8 部分：稀土含量的测定 重量法；
- 第 9 部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 10 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 11 部分：铍含量的测定 依莱铬氰蓝 R 分光光度法；
- 第 12 部分：铜含量的测定；
- 第 13 部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第 15 部分：锌含量的测定；
- 第 16 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第 19 部分：钛含量的测定 二安替比啉甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：ICP-AES 测定元素含量；
- 第 21 部分：光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量；
- 第 22 部分：钪含量的测定。

本次对有采标对象的第 1 部分、第 4 部分、第 7 部分、第 8 部分、第 9 部分、第 10 部分、第 12 部分、第 14 部分、第 15 部分等 9 个部分进行修订。

本部分为第 14 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分代替 GB/T 13748.14—2005《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》。

本部分与 GB/T 13748.14—2005 相比，主要技术变化如下：

- 修改 3.14，为“……此溶液 1 mL 含 0.004 mg 镍”；
- 重新编辑表 1；
- 在 6.5.2 中“…以试剂空白溶液”改为“…以试剂空白溶液（不加镍标准溶液者）为参比”；
- 增加了“实验报告”的要求；
- 删除了“质量保证和控制”的要求；
- 根据标准编写规则将文本进行了编辑性整理。

本部分使用重新起草法参考 ISO 4058:1977《镁及镁合金 镍的测定 丁二酮肟光度法》，与 ISO 4058:1977 一致性程度为非等效。

**GB/T 13748.14—2013**

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位: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。

本部分起草单位:东北轻合金有限责任公司、西南铝业有限责任公司。

本部分起草人:高振中、郑云龙、周兵、陈雄立、邓兰洪、谭家英、崔纪红、刘昕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13748.14—2005、GB/T 13748.14—1992。

# 镁及镁合金化学分析方法

## 第 14 部分:镍含量的测定

### 丁二酮肟分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了镁及镁合金中镍含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中镍含量的测定。测定范围为 0.000 20%~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( $\rho=1.19$  g/mL)。

3.2 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

3.3 氨水( $\rho=0.90$  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(1 mg/mL):称取 1.000 0 g 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(0.08 mg/mL):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(0.004 mg/mL):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 0.004 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。