



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.24—2017
代替 GB/T 4698.24—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 24 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合 等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium
alloys—Part 24: Determination of nickel content—
Dimethylglyoxime spectrophotometry and inductively coupled plasma atomic
emission spectrometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 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

GB/T 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》分为以下部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：锰量的测定 高碘酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：硼量的测定 次甲基蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定；
- 第 8 部分：铝量的测定 碱分离-EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 9 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法及电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 10 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法(含钒)；
- 第 11 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法(不含钒)；
- 第 12 部分：钒量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：碳量的测定；
- 第 15 部分：氢量的测定；
- 第 17 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：锡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钨量的测定 硫氰酸盐示差光度法；
- 第 21 部分：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜、铅量的测定 原子发射光谱法；
- 第 22 部分：铈量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：钡量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 24 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氯量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 26 部分：钽量和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：钹量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 4698 的第 24 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4698.24—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量》。

本部分与 GB/T 4698.24—1996 相比主要变化如下：

- 丁二酮肟分光光度法的测定下限由 0.20% 调整为 0.10%；(见第 1 章，见 1996 年版的第 1 章)；
- 删除了“引用标准”(1996 年版的第 2 章)；
- 增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法(见第 3 章)；
- 增加了试样条款(见 2.4 和 3.4)；

——将允许差改为精密度条款(见 2.7 和 3.7,1996 年版的第 8 章);

——增加了试验报告条款(见第 4 章)。

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(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:西部金属材料股份有限公司、宝钛集团有限公司、广东省工业分析检测中心、国标(北京)检验认证有限公司、湖南金天钛业科技有限公司、西北有色金属研究院、云南冶金新立钛业有限公司、中铝沈阳有色金属加工有限公司、遵义钛业股份有限公司。

本部分主要起草人:李佗、杨军红、石新层、翟通德、白焕焕、罗策、李剑、刘雷雷、张丹莉、刘丽媛、罗绍伟、麦丽碧、张小琴、瞿昕薇、樊勇、崔庆雄、蒋永金、田晓龙、杨光、樊凯。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4698.24—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 24 部分：镍量的测定

丁二酮肟分光光度法和电感耦合 等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 4698 的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中镍量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中镍量的测定，方法一测定范围：0.10%~2.00%，方法二测定范围：0.010%~2.00%。方法二为仲裁分析方法。

2 方法一 丁二酮肟分光光度法

2.1 方法提要

试料用硫酸溶解，用柠檬酸掩蔽主体钛，以溴水为氧化剂，在氨性介质中，镍与丁二酮肟生成红色络合物，于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。

2.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

2.2.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.2 氨水($\rho=0.90$ g/mL)。

2.2.3 硫酸(1+1)。

2.2.4 饱和溴水。

2.2.5 柠檬酸溶液(200 g/L)。

2.2.6 丁二酮肟乙醇溶液(2 g/L)：称取 0.5 g 丁二酮肟溶解于 250 mL 乙醇中。

2.2.7 镍标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属镍($w_{\text{Ni}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(2.2.1)、10 mL 水，加热溶解。加入 5 mL 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)，加热至冒硫酸烟，稍冷，加入 30 mL 水，混匀，冷却。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。

2.2.8 镍标准溶液：移取 50.00 mL 镍标准贮存溶液(2.2.7)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 镍。

2.3 仪器

分光光度计。

2.4 试样

按照已颁布的海绵钛、钛及钛合金的取制样标准进行。