

ICS 77.120.10
H 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 6987.14—2001
neq ISO 3979:1977

GB/T 6987.14—2001

铝及铝合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量

Aluminium and aluminium alloys
—Determination of nickel content
—Dimethylglyoxime spectrophotometric method

中华人民共和国
国家标准
铝及铝合金化学分析方法
丁二酮肟分光光度法测定镍量
GB/T 6987.14—2001

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2005年3月第一版 2005年3月第一次印刷

*

书号:155066·1-22318 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 6987.14—2001

2001-07-10 发布

2001-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

7 分析结果的表述

按式(1)计算镍的质量分数:

$$w(\text{Ni}) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: $w(\text{Ni})$ ——镍的质量分数, %;

m_1 ——在工作曲线上查得的镍量, g;

m_0 ——移取的试液相当于试料的质量, g。

8 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
0.001 0~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.010 0	0.001 0
>0.010 0~0.050 0	0.005 0
>0.050 0~0.075 0	0.007 5
>0.075~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.018
>0.250~0.500	0.025
>0.500~0.750	0.030
>0.750~1.000	0.035
>1.00~2.00	0.06
>2.00~3.00	0.08

前 言

本标准是对 GB/T 6987. 1~6987. 21—1986、GB/T 6987. 22~6987. 23—1987、GB/T 6987. 24—1988 的修订,本次修订主要有以下变化:

——修订前共测定 18 个元素,有 24 个分析方法,修订后共测定 22 个元素,有 32 个分析方法;

——新增加了镉、锂、硼、锶四种元素的分析方法,分别是 GB/T 6987. 25、GB/T 6987. 26、GB/T 6987. 27、GB/T 6987. 28;

——新制定了铜、铬、钛、稀土元素的分析方法,分别是 GB/T 6987. 29、GB/T 6987. 30、GB/T 6987. 31、GB/T 6987. 32;

——为适应实际情况,GB/T 6987. 5、GB/T 6987. 9、GB/T 6987. 10、GB/T 6987. 11、GB/T 6987. 12、GB/T 6987. 13、GB/T 6987. 19、GB/T 6987. 20、GB/T 6987. 22、GB/T 6987. 23、GB/T 6987. 24等 11 个分析方法扩大了元素的分析范围;

——其余 13 个分析方法经编辑性整理后予以重新确认。

本标准中有 17 个分析方法非等效采用国际标准,具体采用情况见表 1。

表 1

序号	分标准编号	分标准名称	采用国际标准
1	GB/T 6987. 1	电解重量法测定铜量	ISO 796:1973
2	GB/T 6987. 2	草酰二酰肼分光光度法测定铜量	ISO 795:1976
3	GB/T 6987. 3	火焰原子吸收光谱法测定铜量	ISO 3980:1977
4	GB/T 6987. 4	邻二氮杂菲分光光度法测定铁量	ISO 793:1973
5	GB/T 6987. 5	重量法测定硅量	ISO 797:1973
6	GB/T 6987. 6	钼蓝分光光度法测定硅量	ISO 808:1973
7	GB/T 6987. 7	高碘酸钾分光光度法测定锰量	ISO 886:1973
8	GB/T 6987. 8	EDTA 滴定法测定锌量	ISO 1784:1976
9	GB/T 6987. 9	火焰原子吸收光谱法测定锌量	ISO 5194:1981
10	GB/T 6987. 11	火焰原子吸收光谱法测定铅量	ISO 4192:1981
11	GB/T 6987. 12	二安替吡啉甲烷分光光度法测定钛量	ISO 6827:1981
12	GB/T 6987. 14	丁二酮肟分光光度法测定镍量	ISO 3979:1977
13	GB/T 6987. 15	火焰原子吸收光谱法测定镍量	ISO 3981:1977
14	GB/T 6987. 16	CDTA 滴定法测定镁量	ISO 2297:1973
15	GB/T 6987. 17	火焰原子吸收光谱法测定镁量	ISO 3256:1977
16	GB/T 6987. 18	火焰原子吸收光谱法测定铬量	ISO 4193:1981
17	GB/T 6987. 30	萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法测定铬量	ISO 3978:1976

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6987. 1~6987. 21—1986、GB/T 6987. 22~6987. 23—1987、GB/T 6987. 24—1988。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由东北轻合金有限责任公司、郑州轻金属研究院、抚顺铝厂、兰州铝业股份有限公司西北铝加工分公司、本溪合金有限责任公司、北京有色金属研究总院、西南铝业(集团)有限责任公司、中国长城铝业公司、贵州铝厂起草。

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 6987. 1~6987. 21—1986；

——GB/T 6987. 22~6987. 23—1987；

——GB/T 6987. 24—1988。

表 1

镍的质量分数 %	盛试液(6.4.4) 的容量瓶体积 mL	移取试液的 体积(A) mL	移取试液稀释 后的体积(B) mL	从(A)或(B)中 移取显色用试 液的体积, mL	吸收池厚度 cm
0.001~0.07	200	100.0	—	100.0(A)	0.5~3
>0.07~0.15		50.00	—	50.00(A)	
>0.15~0.40		20.00	—	20.00(A)	
>0.40~1.0	500	20.00	—	20.00(A)	0.5
>1.0~2.0		50.00	250	50.00(B)	
>2.0~3.0		50.00	250	25.00(B)	

6.4.6 加入 10 mL 酒石酸溶液(3.14)和 5 mL 盐酸羟胺溶液(3.16),在不断搅拌下加入氢氧化钠溶液(3.12)调至 pH4.5~5.0。加入 10 mL 硫代硫酸钠溶液(3.17),在搅拌下先后用氢氧化钠溶液[(3.12)和(3.13)]调至 pH6.5。将试液移入 250 mL 分液漏斗中,用尽量少的水洗涤。

6.4.7 加入 5 mL 丁二酮肟溶液(3.18),混匀。加入 10 mL 三氯甲烷(3.19),振荡 2 min,静置分层。将有机相移入第二个 100 mL 分液漏斗中,用 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.19)洗涤(不振荡)水相并放入含有有机相的分液漏斗中。于水相中再加入 5 mL 三氯甲烷(3.19),振荡 30 s,静置分层。将有机相也移入第二个分液漏斗中。再用 5 mL 三氯甲烷(3.19)重复萃取一次。合并有机相。弃去水相。

6.4.8 于盛有有机相的第二个分液漏斗中,加入 20 mL 氢氧化铵溶液(3.6),振荡 30 s,静置分层。将有机相移入第三个 100 mL 分液漏斗中。用 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.19)洗涤,有机相合并于第三个分液漏斗中,水相保存于第二个分液漏斗中。

6.4.9 于盛有有机相的第三个分液漏斗中。加入 20 mL 氢氧化铵溶液(3.6),振荡 30 s,静置分层。将有机相移入第四个 100 mL 分液漏斗中。用 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.19)洗涤。有机相合并于第四个分液漏斗中,将水相移入第二个分液漏斗中并用 5 mL 三氯甲烷(3.19)洗涤,振荡 30 s。静置分层,放出有机相于第四个分液漏斗中,再用 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.19)洗涤。有机相合并,弃去水相。

6.4.10 于盛有有机相的第四个分液漏斗中,加入 20 mL 盐酸(3.11),振荡 30 s,静置分层,将有机相移入第五个 100 mL 分液漏斗中。用 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.19)洗涤,有机相合并,水相保存于第四个分液漏斗中。再以每次 10 mL 盐酸(3.11)处理有机相两次,每次处理后静置分层。将有机相分别移入第六个和第七个 100 mL 分液漏斗中。分别用 1 mL~2 mL 三氯甲烷(3.19)洗涤,将所有水相收集于第四个分液漏斗中。经过第三次处理后弃去有机相。

6.4.11 于盛有水相的第四个分液漏斗中,加入 5 mL 三氯甲烷(3.19),振荡 30 s,静置分层。弃去有机相。再加入 5 mL 三氯甲烷(3.19)。振荡 30 s,静置分层。小心放出有机相并弃去。

6.4.12 将水相移入 100 mL 容量瓶中,以水仔细洗涤,加入 10 mL 盐酸(3.10),以水稀释至约 80 mL。加热至 35℃~40℃,在不断摇动中,滴加溴水(3.5)至有橙黄色出现后再过量 2 mL,冷却。在摇动下缓慢加入氢氧化铵溶液(3.3)至颜色消失并过量 1 mL,冷却。加入 1 mL 于二酮肟溶液(3.18),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min 后测量吸光度,并在 60 min 内完成。

6.4.13 将部分试液(6.4.12)移入吸收池(见表 1)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。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, 20.00, 40.00 mL 镍标准溶液(3.21)于一组干燥的 150 mL 烧杯中,用水稀释至约 40 mL。以下按 6.4.6~6.4.12 进行。

6.5.2 将部分系列标准溶液(6.5.1)移入吸收池(见表 1)中。以试剂空白溶液(不加镍标准溶液者)为参比。于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度。以镍量为横坐标,以吸光度为纵坐标绘制工作曲线。