



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.14—2008

代替 GB/T 6987.14—2001, GB/T 6987.15—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 14 部分：镍含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 14: Determination of nickel content

2008-03-31 发布

2008-09-01 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 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 3 部分:铜含量的测定;
- 第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 5 部分:硅含量的测定;
- 第 6 部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法;
- 第 8 部分:锌含量的测定;
- 第 9 部分:锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:锡含量的测定;
- 第 11 部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:钛含量的测定;
- 第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胺分光光度法;
- 第 14 部分:镍含量的测定;
- 第 15 部分:硼含量的测定;
- 第 16 部分:镁含量的测定;
- 第 17 部分:铈含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 18 部分:铬含量的测定;
- 第 19 部分:钴含量的测定;
- 第 20 部分:镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法;
- 第 21 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 22 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法;
- 第 23 部分:锑含量的测定 碘化钾分光光度法;
- 第 24 部分:稀土总含量的测定;
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 14 部分。对应于 ISO 3979:1977《铝及铝合金——镍量的测定——丁二酮肟分光光度法》和 ISO 3981:1977《铝及铝合金——镍量的测定——原子吸收分光光度法》,一致性程度为修改采用。

本部分“方法一”修改采用国际标准 ISO 3979:1977《铝及铝合金——镍量的测定——丁二酮肟分光光度法》,在资料性附录 A 中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表;在资料性附录 B 中列出了本部分和对应的国际标准技术性差异。

本部分“方法二”修改采用国际标准 ISO 3981:1977《铝及铝合金——镍量的测定——原子吸收分光光度法》,在资料性附录 C 中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表;在资料性附录 D 中列出了本部分和对应的国际标准技术性差异。

本部分代替 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》和

GB/T 6987.15—2001《铝及铝合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镍量》。本次修订将 GB/T 6987.15—2001 的相关内容纳入本部分。

本部分与 GB/T 6987.14—200 相比主要变化如下：

——增加了“方法二：火焰原子吸收光谱法”；

——将测定范围由原来的 0.001%~3.00% 改为 0.001%~0.01%，并将标准中相应的表 1 和表 2 进行了修改；

——两个方法中均增加了“重复性”和“质量保证与控制”条款。

本部分的“方法一：丁二酮肟分光光度法”为硼含量在 0.001%~0.01% (含 0.01%) 的铝及铝合金仲裁方法，“方法二：火焰原子吸收光谱法”为硼含量在 0.01%~3.0% (不含 0.01%) 的铝及铝合金仲裁方法。

本部分的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 均为资料性附录。

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。

本部分起草单位：中国铝业贵州分公司。

本部分方法一主要起草人：王保生、王倩、魏玲、翟宁、席欢、马存真、范顺科。

本部分方法二主要起草人：袁艺、罗维、钟世华、席欢、葛立新、朱玉华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.14—1986、GB/T 6987.14—2001。

——GB/T 6987.15—1986、GB/T 6987.15—2001。

铝及铝合金化学分析方法

第 14 部分:镍含量的测定

方法一:丁二酮肟分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中镍含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中镍含量的测定。测定范围:0.001%~0.01%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解。在氢氧化钠溶液中,以铁为载体与镍共沉淀,过滤,沉淀溶解于混合酸中。在一定酸度下,加入酒石酸、盐酸羟胺和硫代硫酸钠络合干扰元素。用三氯甲烷萃取镍与丁二酮肟的络合物,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使镍显色,于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

- 3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。
- 3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.4 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。
- 3.5 溴水(饱和溶液)。
- 3.6 氨水(1+27)。
- 3.7 盐酸-硝酸混合酸:移取 200 mL 硝酸(3.1)与 50 mL 盐酸(3.9),混匀。
- 3.8 硫酸(1+1)。
- 3.9 盐酸(1+1)。
- 3.10 盐酸(1+5)。
- 3.11 盐酸(1+23)。
- 3.12 氢氧化钠溶液(250 g/L)贮存于塑料瓶中。
- 3.13 氢氧化钠溶液(2 g/L)。
- 3.14 酒石酸溶液(300 g/L)。
- 3.15 氯化铁溶液:称取 0.48 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)或 0.3 g 三氯化铁(FeCl_3)溶解于 5 mL 盐酸(3.9)中,以水稀释至 100 mL,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。
- 3.16 盐酸羟胺溶液(100 g/L),用时现配。
- 3.17 硫代硫酸钠溶液(500 g/L)。
- 3.18 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L)。
- 3.19 三氯甲烷。
- 3.20 镍标准贮存溶液
 - 3.20.1 称取 1.000 0 g 镍置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 水和 10 mL 硝酸(3.1),加热至完全溶解,加入 10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),加热蒸发至干(不能烘焦),再加入 10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),继续加热蒸发至干。加入适量水并加热使盐类溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,冷却。以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。