



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23614.1—2009

---

## 钛镍形状记忆合金化学分析方法 第1部分：镍量的测定 丁二酮肟 沉淀分离-EDTA络合-氯化锌返滴定法

Methods for chemical analysis of titanium nickel shape memory alloy—  
Part 1: Determination of nickel content—Dimethylglyoxime  
precipitate separation-EDTA complex-zinc chloride back titration

2009-04-15 发布

2010-02-01 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 23614《钛镍形状记忆合金化学分析方法》分为两部分：

——第1部分：镍量的测定 丁二酮肟沉淀分离-EDTA络合-氯化锌返滴定法；

——第2部分：钴、铜、铬、铁、铌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为GB/T 23614的第1部分。

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。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：西北有色金属研究院、宝钛集团有限公司。

本部分主要起草人：童坚、李满芝、臧慕文、刘英、王莉兰、黄永红、刘婷。

# 钛镍形状记忆合金化学分析方法

## 第 1 部分:镍量的测定 丁二酮肟

### 沉淀分离-EDTA 络合-氯化锌返滴定法

#### 1 范围

GB/T 23614 的本部分规定了钛镍形状记忆合金中镍含量的测定方法。

本部分适用于钛镍形状记忆合金中镍含量的测定。测定范围:50.00%~60.00%。

#### 2 方法提要

试料用硫酸、硝酸混酸溶解,用柠檬酸络合钛及其他元素,在 pH9~pH10,丁二酮肟沉淀镍使其与干扰元素分离。沉淀用盐酸溶解,在 pH6 定量加入 EDTA 溶液,以二甲酚橙为指示剂,用氯化锌标准滴定溶液滴定。

#### 3 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

3.2 硝酸( $\rho$ 1.40 g/mL)。

3.3 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 柠檬酸溶液(100 g/L)。

3.6 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L):溶解 5 g 丁二酮肟于 500 mL 乙醇中,储存于棕色瓶中。

3.7 乙二胺四乙酸二钠( $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$ , EDTA)溶液 [ $c$ (EDTA)约 0.05 mol/L]:称取 18.6 g EDTA,溶于约 500 mL 热水中,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.8 二甲酚橙指示剂:称取 1 g 二甲酚橙与 100 g 氯化钾混合研磨均匀,储存于棕色瓶中。

3.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取 200 g 无水乙酸钠( $CH_3COONa$ )溶于 800 mL 水中,加入 12.4 mL 冰乙酸,pH6.0。将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中并用水稀释至刻度。

3.10 镍标准溶液:称取 2.000 0 g 纯镍 [ $w$ (Ni) $\geq$ 99.99%]于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,15 mL 硝酸(3.2),低温加热至完全溶解,冷却,将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中并用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.0 mg 镍。

3.11 氯化锌标准滴定溶液:

##### 3.11.1 配制

称取 13.63 g 氯化锌溶解于 500 mL 水中,加入 1 mL 盐酸(3.4),加水至 5 000 mL,混匀。

##### 3.11.2 标定

3.11.2.1 移取 10.00 mL EDTA 溶液(3.7)于 250 mL 烧杯中,加入约 70 mL 水,10 mL 缓冲溶液(3.9),少量(约 0.05 g)二甲酚橙指示剂,用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色为终点。取 3 份 EDTA 溶液标定,标定所消耗的氯化锌标准滴定溶液体积的极差不超过 0.10 mL,取其平均值。

按公式(1)计算换算系数:

$$K = \frac{V_1}{10.00} \dots\dots\dots(1)$$