

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.11—2008
代替 YS/T 568.11—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 镍含量的测定

α -联呋喃甲酰二肟分光光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide
—Determination of nickel content
— α -Furil dioxime spectrophotometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化钪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分 氧化锆和氧化钪量的测定 苦杏仁酸重量法
- 第 2 部分 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 3 部分 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 4 部分 铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法
- 第 5 部分 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分 钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法
- 第 7 部分 磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法
- 第 8 部分 氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 9 部分 氧化钪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 10 部分 锰量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 11 部分 镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肼分光光度法

本部分为第 11 部分。

本部分代替 YS/T 568.11-2006《氧化锆、氧化钪中镍量的测定》(原 GB/T 2590.11-1981)。

本部分与 YS/T 568.11-2006 相比主要变化如下：

- 增加了“7.1 重复性”条款。
- 增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由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负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：张英新、李娜、胡振平

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2590.11-1981、YS/T 568.11-2006

氧化锆、氧化钪化学分析方法

镍含量的测定

α -联吡喃甲酰二肼分光光度法

1 范围

本部分规定了氧化锆及氧化钪中镍含量的测定方法。

本部分适用于氧化锆及氧化钪中镍含量的测定。测定范围：0.0005%~0.03%。

2 方法提要

试料以硫酸、硫酸铵溶解。在柠檬酸钠存在下，于氨性介质中镍与 α -联吡喃甲酰二肼生成有色络合物，用三氯甲烷萃取，于分光光度计波长 440 nm 处，测其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸铵。

3.2 硫酸($r1.84\text{g/mL}$)，优级纯。

3.3 三氯甲烷。

3.4 氨水(1+1)。

3.5 柠檬酸钠溶液(300g/L)。

3.6 盐酸羟胺溶液(100g/L)。

3.7 α -联吡喃甲酰二肼溶液(10g/L)：称取 1g α -联吡喃甲酰二肼，溶于 50mL 乙醇中，用水稀释至 100mL，混匀。

3.8 酚酞溶液(10g/L)：称取 1g 酚酞，溶于 50mL 乙醇中，用水稀释至 100mL，混匀。

3.9 镍标准贮存溶液：

称取 1.0000g 金属镍($w(\text{Ni})>99.9\%$)，置于 300mL 烧杯中，加入 15mL 硝酸($r1.42\text{g/mL}$)，在水浴上加热至完全溶解后，在电炉上加热煮沸。冷却，用水移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1mg 镍。

3.10 镍标准溶液：移取 25.00mL 溶液(3.9)，置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 μg 镍。

3.11 镍标准溶液：移取 25.00mL 溶液(3.10)，置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 10 μg 镍。

4 仪器

分光光度计

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.10g 试样，精确至 0.0001g。

5.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料置于 100mL 干烧杯中，加入 2g 硫酸铵（3.1）和 2mL 硫酸(3.2)，盖上表皿，置电炉上加热至试料完全溶解。冷却，用水吹洗表皿及杯壁，混匀，用水移入 100mL 分液漏斗中。

5.4.2 加入 15mL 柠檬酸钠溶液(3.5)、5mL 盐酸羟胺溶液（3.6）及 1 滴酚酞溶液(3.8)，用氨水(3.4)调节至溶液变红，过量 8mL。冷却后，加入 5mL α-联吡喃甲酰二肼溶液(3.7)，每加入一种试剂，均需混匀。准确加入 20mL 三氯甲烷(3.3)，振荡 2min。静置分层后^②，将有机相用滤纸干过滤于 25mL 比色管中。

5.4.3 将试液移入 1cm 吸收皿中，以三氯甲烷作参比，在分光光度计上，于波长 440nm 处，测其吸光度。减去随同试料的空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的镍量。

5.5 工作曲线的绘制：`

移取 0、0.20、0.50、1.00、1.50、2.00、3.00、4.00mL 镍标准溶液(3.11)，分别置于一组 100mL 分液漏斗中，加入 30mL 水，以下按分析步骤 5.4.2 操作，将溶液移入 1cm 吸收皿中，以三氯甲烷作参比，在分光光度计上，于波长 440nm 处，测其吸光度，绘制工作曲线。

注：①若含镍量低，则需称取 0.20g 试样，以 3mL 硫酸(r1.84g/mL)、2g 硫酸铵溶解，用 3cm 吸收皿，测其吸光度。

②若试样含有铜、钴，则将有机相移入另一分液漏斗中，加入 20mL 混合洗涤液[配制方法：用氨水(1+24)与 0.2mol/L EDTA 溶液等体积混合]，振荡 1min，以下按分析步骤操作。

6 分析结果的计算

按式（1）计算镍的质量分数（%）：

$$w(\text{Ni}) = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m——从工作曲线上查得的镍量，μg；

m₀——试料的质量，g。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

镍质量分数 w / %	重复性限 r / %
0.00090	0.00006
0.0081	0.0009
0.0150	0.0013
0.0300	0.0032
注：重复性限（r）为 2.8×Sr，Sr 为重复性标准差。	

7.2 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

镍质量分数 $w / \%$	允许差 $\Delta / \%$
0.0005~0.0010	0.0003
>0.0010~0.0050	0.0006
>0.0050~0.0090	0.0010
>0.0090~0.0150	0.0015
>0.0150~0.0300	0.0035

8 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品，每六个月校核一次本部分的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。