



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.23—2008
代替 GB/T 223.23~223.24—1994

钢铁及合金 镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法

Iron, steel and alloy—Determination of nickel content—
The dimethylglyoxime spectrophotometric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 及 合 金 镍 含 量 的 测 定
丁 二 酮 肟 分 光 光 度 法
GB/T 223.23—2008

*

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.spc.net.cn

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 18 千字

2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32339 定价 14.00 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

前 言

GB/T 223 的本部分是对 GB/T 223.23—1994《钢铁及合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量》和 GB/T 223.24—1994《钢铁及合金化学分析方法 萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 223.23—1994 和 GB/T 223.24—1994。

本部分与 GB/T 223.23—1994、GB/T 223.24—1994 相比较主要进行了以下修改：

- 名称改为《钢铁及合金 镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法》；
- 将原两个标准合并为一个标准，内含两个分析方法；
- 增加了分析中对试剂和水的说明内容并修改溶液浓度的表示方法；
- 增加了安全须知及称取试料量的表示；
- 修改了结果计算式及式中量的单位；
- 修改规范了精密度函数式的说明。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：宝山钢铁股份有限公司特殊钢分公司、中国钢研科技集团公司、天津特殊钢厂。

本部分主要起草人：王玉娟、崔秋红、郭蕴珊。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 223.23—1982、GB 223.23—1994；
- GB 223.24—1982、GB 223.24—1994。

钢铁及合金 镍含量的测定

丁二酮肟分光光度法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用丁二酮肟直接光度法和用萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍含量。

本部分方法一适用于生铁、铁粉、碳素钢、合金钢中质量分数为 0.030%~2.00% 镍含量的测定;本部分方法二适用于生铁、碳素钢、合金钢和精密合金中质量分数为 0.010%~0.50% 镍含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为 GB/T 223 的本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法一 丁二酮肟直接光度法

3.1 原理

试样经酸溶解,高氯酸冒烟氧化铬至六价,以酒石酸钠掩蔽铁,在强碱性介质中,以过硫酸铵为氧化剂,镍与丁二酮肟生成红色络合物,测量其吸光度。

显色液中锰量大于 1.5 mg、铜量大于 0.2 mg、钴量大于 0.1 mg 干扰测定。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 乙醇,95%(体积分数)以上。

3.2.2 高氯酸, ρ 约 1.67 g/mL。

3.2.3 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL,稀释为 2+3。

3.2.4 盐酸-硝酸混合酸,将一份盐酸(ρ 约 1.19 g/mL)、一份硝酸(ρ 约 1.42 g/mL)和二份水相混合。

3.2.5 酒石酸钠溶液,300 g/L。

3.2.6 氢氧化钠溶液,100 g/L。

3.2.7 丁二酮肟溶液,10 g/L,用乙醇(3.2.1)配制。

3.2.8 过硫酸铵溶液,40 g/L。

3.2.9 镍标准溶液

3.2.9.1 镍储备液,100 μ g/mL。称取 0.100 0 g 纯镍(质量分数 99.99%以上),置于 150 mL 锥形瓶中,加 20 mL 硝酸(3.2.3),加热溶解后,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.2.9.2 镍标准溶液, 10.0 μg/mL。移取 25.00 mL 镍储备液(3.2.9.1), 置于 250 mL 容量瓶中, 加 5 mL 硝酸(3.2.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

3.3 仪器与设备

分析中, 仅用通常的实验室仪器设备及分光光度计。

3.4 取制样

按照 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

3.5 分析步骤

警告: 通常在有氨、亚硝酸烟雾或有机物存在时, 冒高氯酸烟可能会引起爆炸。

3.5.1 试料量

根据镍含量(质量分数)按表 1 称取试样, 精确至 0.000 1 g。

表 1

镍含量(质量分数)/%	试料量/g
0.03~0.10	0.50
>0.10~0.50	0.20
>0.50~2.00	0.10

3.5.2 空白试验

随同试料作空白试验。

3.5.3 测定

3.5.3.1 将试料(3.5.1)置于 150 mL 锥形瓶中, 加 5 mL~10 mL 硝酸(3.2.3)或盐酸-硝酸混合酸(3.2.4), 加热溶解后, 加 3 mL~5 mL 高氯酸(3.2.2), 蒸发至冒高氯酸烟氧化铬呈六价, 稍冷。

3.5.3.2 加少量水使盐类溶解, 冷却后移入 100 mL 容量瓶中(镍的质量分数为 0.03%~0.10%时, 移入 50 mL 容量瓶中), 用水稀释至刻度, 混匀。如有沉淀于过滤除去。

移取 10.00 mL(镍的质量分数为 1.00%~2.00%时, 移取 5.00 mL)试液二份, 分别置于 50 mL 容量瓶中, 分别按 3.5.3.2.1 和 3.5.3.2.2 进行。

3.5.3.2.1 显色液: 加 10 mL 酒石酸钠溶液(3.2.5)、10 mL 氢氧化钠溶液(3.2.6)、2 mL 丁二酮肟溶液(3.2.7)和 5 mL 过硫酸铵溶液(3.2.8), 每加一种试剂后均要混匀, 用水稀释至刻度, 混匀。

3.5.3.2.2 参比液: 加 10 mL 酒石酸钠溶液(3.2.5)、10 mL 氢氧化钠溶液(3.2.6)、2 mL 乙醇(3.2.1)、5 mL 过硫酸铵溶液(3.2.8), 用水稀释至刻度, 混匀。

3.5.3.3 放置 10 min~20 min 后将部分溶液移入 2 cm 或 3 cm 吸收皿中, 以参比液为参比, 在分光光度计上于波长 530 nm 处, 测量其吸光度。减去空白试验的吸光度, 从校准曲线上查出相应的镍质量(μg)。

3.5.4 校准曲线的绘制

移取 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液(3.2.9.2), 分别置于 50 mL 容量瓶中, 按 3.5.3.2.1 显色, 以试剂空白为参比按 3.5.3.3 测量其吸光度。以镍质量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

3.6 结果计算

镍含量以质量分数 w_{Ni} 计, 数值以 % 表示, 按式(1)计算:

$$w_{Ni} = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——分取试液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V ——试液总体积的数值, 单位为毫升(mL);

m_1 ——从校准曲线上查得的镍质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料量的数值,单位为克(g)。

3.7 精密度

本部分的精密度试验是在1990年由8个实验室,对9个水平的镍含量进行测定;每个实验室对每个水平的镍含量在GB/T 6379.1规定的重复性条件下测定3次。

各实验室报出的原始数据(测定结果)见附录A。

根据GB/T 6379.2,对得到的测定结果进行统计分析,精密度见表2。

表 2

镍的质量分数/%	重复性限 r	再现性限 R
0.024~2.08	$\lg r = -1.7146 + 0.8221 \lg m$	$\lg R = -1.4495 + 0.8563 \lg m$
式中: m 是两个测定值的平均值,单位为%(质量分数)。		

重复性限 r 、再现性限 R 按表2给出的方程求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),大于重复性限(r)的情况以不超过5%为前提;

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过5%为前提。

4 方法二 萃取分离-丁二酮肟分光光度法

4.1 原理

试料用酸溶解,以柠檬酸铵掩蔽铁,加丁二酮肟与镍生成丁二酮肟镍,用三氯甲烷萃取,再用稀硝酸反萃取于水相中,然后在强碱性介质中,以过硫酸铵为氧化剂,镍与丁二酮肟生成红色络合物,测量其吸光度。

显色液中锰量小于25 mg,铜量小于3.5 mg,钴量小于15 mg 不干扰测定。

4.2 试剂和材料

除非另有说明,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.2.1 三氯甲烷。

4.2.2 乙醇,95%(体积分数)以上。

4.2.3 高氯酸, ρ 约1.67 g/mL。

4.2.4 氨水, ρ 约0.90 g/mL。

4.2.5 氨水, ρ 约0.90 g/mL,稀释为1+30。

4.2.6 硝酸, ρ 约1.42 g/mL,稀释为2+3。

4.2.7 硝酸, ρ 约1.42 g/mL,稀释为1+20。

4.2.8 盐酸-硝酸混合酸:将1份盐酸(ρ 约1.19 g/mL)、1份硝酸(ρ 约1.42 g/mL)和2份水相混合。

4.2.9 柠檬酸铵溶液,200 g/L。

4.2.10 溴麝香草酚蓝溶液,1 g/L。称取0.1 g 溴麝香草酚蓝,加1 mL 氢氧化钠溶液(4.2.13)和50 mL 水溶解后,用水稀释至100 mL,混匀。

4.2.11 丁二酮肟溶液,10 g/L。用乙醇(4.2.2)配制。

4.2.12 酒石酸钠溶液,300 g/L。

4.2.13 氢氧化钠溶液,100 g/L。

4.2.14 过硫酸铵溶液,40 g/L。

4.2.15 镍标准溶液

4.2.15.1 镍储备液,100 μg/mL。称取 0.100 0 g 纯镍(质量分数 99.99%以上),置于 150 mL 锥形瓶中,加 20 mL 硝酸(4.2.6),加热溶解后,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.2.15.2 镍标准溶液,10.0 μg/mL。移取 50.00 mL 镍标准溶液(4.2.15.1),置于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 硝酸(4.2.6),用水稀释至刻度,混匀。

4.3 仪器与设备

分析中,仅用通常的实验室仪器设备及分光光度计。

4.4 取制样

按照 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

4.5 分析步骤

警告:通常在有氨、亚硝酸烟雾或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸。

4.5.1 试料量

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

4.5.2 空白试验

随同试料作空白试验。

4.5.3 测定

4.5.3.1 将试料(4.5.1)置于 150 mL 锥形瓶中,加 3 mL 硝酸(4.2.6)或盐酸-硝酸混合酸(4.2.8),加热溶解,加 2 mL~3 mL 高氯酸(4.2.3),蒸发至冒高氯酸烟氧化铬至六价,稍冷。

4.5.3.2 加 5 mL 水溶解盐类(当镍质量分数大于 0.10%时,稀释分取 10/50),加 10 mL 柠檬酸铵溶液(4.2.9),加 2~5 滴溴麝香草酚蓝溶液(4.2.10),然后滴加氨水(4.2.4)至溶液呈深绿色,再加 10 滴,加 5 mL 丁二酮肟溶液(4.2.11)[若试液中含高铜、高钴时,每 1 mg 铜应多加 0.2 mL 丁二酮肟溶液(4.2.11),每 1 mg 钴应多加 0.5 mL 丁二酮肟溶液(4.2.11)],流水冷却。

4.5.3.3 将溶液移入 1 00 mL 分液漏斗中,使其体积为 25 mL~30 mL,加 10 mL 三氯甲烷(4.2.1),振荡 1 min,静置分层。将有机相放入另一个分液漏斗中。在水相中再加 5 mL 三氯甲烷(4.2.1),振荡 30 s,分层后合并有机相,弃去水相。

4.5.3.4 在合并后的有机相中,加 10 mL 氨水(4.2.5),振荡 1 min,静置分层。将有机相放入另一个分液漏斗中[若含 0.5 mg 以上铜时,再加 10 mL 氨水(4.2.5)振荡有机相一次],在水相中加 5 mL 三氯甲烷(4.2.1),轻轻振荡 30 s,待完全分层后,将有机相合并,弃去水相。

4.5.3.5 在有机相中加 5.0 mL 硝酸(4.2.7),振荡 1 min,静置分层,将有机相放入另一个分液漏斗中,再加 5.0 mL 硝酸(4.2.7),重复振荡有机相一次,分层后,弃去有机相,合并水相于原锥形瓶中。

4.5.3.6 将水相蒸发至体积约为 5 mL,冷却后移入 50 mL 容量瓶中。

4.5.3.7 加 2 mL 酒石酸钠溶液(4.2.12)、5 mL 氢氧化钠溶液(4.2.13)、2 mL 丁二酮肟溶液(4.2.11)和 5 mL 过硫酸铵溶液(4.2.14),每加一种试剂后均要摇匀,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3.8 放置 15 min 后,将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以水为参比,在分光光度计上,于波长 465 nm 处,测量其吸光度,减去空白试验吸光度,从校准曲线上查出相应的镍质量(μg)。

4.5.4 校准曲线的绘制

移取 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液(4.2.15.2),分别置于 50 mL 容量瓶中,按 4.5.3.7 和 4.5.3.8 进行至测量其吸光度。减去试剂空白吸光度。以镍质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.6 结果计算

镍含量以质量分数 w_{Ni} 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{Ni} = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

V_1 ——分取试液体积的数值,单位为毫升(mL)；

V ——试液总体积的数值,单位为毫升(mL)；

m_1 ——从校准曲线上查得的镍质量的数值,单位为微克(μg)；

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.7 精密度

本部分的精密度试验是在1990年由8个实验室,对6个水平的镍含量进行测定;每个实验室对每个水平的镍含量在GB/T 6379.1规定的重复性条件下测定3次。

各实验室报出的原始数据(测定结果)见附录A。

根据GB/T 6379.2,对得到的测定结果进行统计分析,精密度见表3。

表 3

镍的质量分数/%	重复性限 r	再现性限 R
0.024 0~0.510	$r=0.000\ 572\ 9+0.030\ 19\ m$	$R=0.000\ 433\ 5+0.075\ 15\ m$
式中： m 是两个测定值的平均值,单位为%(质量分数)。		

重复性限 r 、再现性限 R 按表3给出的方程求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),大于重复性限(r)的情况以不超过5%为前提。

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过5%为前提。

5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- 遵守本部分规定的程度；
- 分析结果及其表示；
- 测定中观察到的异常现象；
- 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。

附录 A
(资料性附录)
共同精密密度试验附加资料

A.1 丁二酮肟直接光度法精密密度原始数据见表 A.1。

表 A.1

实验室	镍含量(质量分数)/%								
	Ni-1	Ni-2	Ni-3	Ni-4	Ni-5	Ni-6	Ni-7	Ni-8	Ni-9
1	0.024 8	0.054 0	0.083 2	0.201	0.545	0.718	1.137	1.660	2.091
	0.024 0	0.053 4	0.083 0	0.204	0.543	0.716	1.146	1.628	2.113
	0.023 5	0.053 1	0.082 2	0.206	0.542	0.718	1.143	1.628	2.096
2	0.024 0	0.051 6	0.081 6	0.200	0.542	0.710	1.152	1.632	2.064
	0.023 6	0.053 0	0.083 3	0.195	0.532	0.700	1.130	1.622	2.052
	0.024 0	0.052 2	0.082 0	0.200	0.534	0.706	1.130	1.622	2.042
3	0.024 1	0.054 0	0.083 0	0.207	0.541	0.720	1.136	1.640	2.090
	0.024 1	0.053 8	0.083 7	0.207	0.540	0.722	1.136	1.640	2.082
	0.023 5	0.054 0	0.083 0	0.200	0.541	0.720	1.142	1.658	2.100
4	0.024 7	0.053 8	0.084 9	0.210	0.550	0.724	1.170	1.673	2.096
	0.024 8	0.054 4	0.085 6	0.206	0.554	0.732	1.183	1.667	2.111
	0.025 3	0.055 1	0.083 9	0.212	0.558	0.727	1.168	1.679	2.089
5	0.024 0	0.053 0	0.083 0	0.200	0.538	0.710	1.150	1.650	2.080
	0.024 0	0.053 2	0.083 3	0.200	0.543	0.712	1.162	1.648	2.090
	0.024 1	0.053 2	0.083 4	0.205	0.545	0.716	1.160	1.650	2.088

表 A.1 (续)

实验室	镍含量(质量分数)/%								
	Ni-1	Ni-2	Ni-3	Ni-4	Ni-5	Ni-6	Ni-7	Ni-8	Ni-9
6	0.024 9	0.055 1	0.084 5	0.207	0.547	0.729	1.150	1.634	2.108
	0.024 2	0.054 4	0.085 0	0.208	0.540	0.725	1.162	1.660	2.113
	0.023 8	0.054 1	0.083 5	0.203	0.545	0.720	1.157	1.659	2.112
7	0.023 7	0.054 5	0.085 0	0.200	0.520	0.705	1.126	1.635	2.100
	0.023 2	0.054 3	0.084 0	0.195	0.530	0.700	1.130	1.643	2.118
	0.023 1	0.054 0	0.085 0	0.205	0.530	0.700	1.160	1.640	2.100
8	0.023 5	0.053 2	0.083 1	0.199	0.551	0.721	1.135	1.612	2.051
	0.023 9	0.052 5	0.081 2	0.200	0.541	0.711	1.135	1.640	2.071
	0.023 5	0.052 5	0.082 5	0.201	0.542	0.720	1.161	1.625	2.075

A.2 萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定法精密度原始数据见表 A.2。

表 A.2

实验室	镍含量/%					
	Ni-1	Ni-2	Ni-3	Ni-4	Ni-5	Ni-6
1	0.023 0	0.053 3	0.082 1	0.142	0.366	0.508
	0.022 9	0.052 9	0.082 4	0.145	0.357	0.512
	0.023 1	0.054 0	0.083 2	0.150	0.368	0.514
2	0.023 4	0.049 8	0.080 8	0.151	0.356	0.514
	0.023 5	0.049 5	0.080 1	0.150	0.351	0.521
	0.024 0	0.049 0	0.080 6	0.146	0.365	0.506
3	0.024 0	0.051 0	0.078 8	0.150	0.358	0.508
	0.023 4	0.052 0	0.078 8	0.142	0.350	0.508
	0.023 2	0.051 6	0.080 0	0.146	0.347	0.480
4	0.024 2	0.054 3	0.083 9	0.155	0.375	0.530
	0.024 2	0.054 3	0.084 0	0.155	0.376	0.531
	0.024 0	0.054 3	0.084 0	0.156	0.376	0.530
5	0.024 0	0.052 0	0.085 0	0.152	0.370	0.525
	0.026 2	0.053 5	0.085 5	0.148	0.370	0.525
	0.024 2	0.052 6	0.086 0	0.149	0.362	0.520
6	0.023 2	0.052 0	0.080 4	0.149	0.366	0.512
	0.023 2	0.052 6	0.081 2	0.150	0.368	0.518
	0.023 0	0.052 8	0.081 8	0.152	0.370	0.515
7	0.020 2	0.050 0	0.080 5	0.145	0.360	0.507
	0.024 1	0.053 9	0.082 0	0.150	0.360	0.497
	0.025 0	0.051 7	0.083 5	0.150	0.365	0.510
8	0.023 3	0.053 8	0.079 5	0.147	0.350	0.487
	0.024 2	0.053 7	0.080 0	0.146	0.356	0.485
	0.022 8	0.054 5	0.079 5	0.147	0.340	0.485



GB/T 223.23-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32339