

中华人民共和国国家标准

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

GB/T 223.24-94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The extraction separation—The dimethylglyoxime
spectrophotometric method for the determination of nickel content

代替 GB 223.24-82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量。

本标准适用于生铁、碳素钢、合金钢和精密合金中低含量镍的测定。测定范围：0.010%~0.50%。

2 方法提要

试样用酸溶解，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配合物，测量其吸光度。

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

3 试剂

3.1 三氯甲烷。

3.2 乙醇(95%以上)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 氨水(1+30)。

3.6 硝酸(2+3)。

3.7 硝酸(1+20)。

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

3.9 柠檬酸铵溶液(20%)。

3.10 溴麝香草酚蓝溶液(0.1%)：称取 0.1 g 溴麝香草酚蓝，加 1 mL 氢氧化钠溶液(3.13)和 50 mL 水溶解后，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.11 丁二酮肟溶液(1%)：用乙醇(3.2)配制。

3.12 酒石酸钠溶液(30%)。

3.13 氢氧化钠溶液(10%)。

3.14 过硫酸铵溶液(4%)。

3.15 镍标准溶液。

3.15.1 称取 0.100 0 g 纯镍(99.99%以上)，置于 150 mL 锥形瓶中，加 20 mL 硝酸(3.6)，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。此溶液 1 mL 含 100 μ g 镍。

3.15.2 移取 50.00 mL 镍标准溶液(3.15.1),置于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 硝酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镍。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 0.100 0 g 试样。

4.2 空白试验

随同试样作空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于 150 mL 锥形瓶中,加 3 mL 硝酸(3.6)或盐酸-硝酸混合酸(3.8),加热溶解,加 2~3 mL 高氯酸(3.3),蒸发至冒高氯酸烟氧化铬至六价,稍冷。

4.3.2 加 5 mL 水溶解盐类(当含镍量大于 0.10%时,稀释分取 10/50),加 10 mL 柠檬酸铵溶液(3.9),加 2~5 滴溴麝香草酚蓝溶液(3.10),然后滴加氨水(3.4)至溶液呈深绿色,再多加 10 滴,加 5 mL 丁二酮肟溶液(3.11)(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(3.11),每 1 mg 钴应多加 0.5 mL 丁二酮肟溶液(3.11)),流水冷却。

4.3.3 将溶液移入 100 mL 分液漏斗中,使其体积为 25~30 mL,加 10 mL 三氯甲烷(3.1),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(3.1),振荡 30 s,分层后合并有机相,弃去水相。

4.3.4 在合并后的有机相中,加 10 mL 氨水(3.5),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(3.5)振荡有机相一次),在水相中加 5 mL 三氯甲烷(3.1),轻轻振荡 30 s,待完全分层后,将有机相合并,弃去水相。

4.3.5 在有机相中加 5.0 mL 硝酸(3.7),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(3.7),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。

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

4.3.7 加 2 mL 酒石酸钠溶液(3.12),5 mL 氢氧化钠溶液(3.13),2 mL 丁二酮肟溶液(3.11)和 5 mL 过硫酸铵溶液(3.14),每加一种试剂后均要摇匀,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.8 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,从工作曲线上查出相应的镍量。

4.4 工作曲线的绘制

移取 0.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 镍标准溶液(3.15.2),分别置于 50 mL 容量瓶中,按 4.3.7 和 4.3.8 进行至测量其吸光度。减去试剂空白吸光度。以镍量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算镍的百分含量:

$$\text{Ni}(\%) = \frac{m_1 V}{m V_1} \times 100$$

式中: V ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_1 ——从工作曲线上查得的镍量, g;

m ——试样量, g。

6 精密度

本标准的精密度是 1990 年选择了 6 个水平由 8 个实验室共同实验确定的,精密度见下表。

水平范围, %(<i>m/m</i>)	重复性 <i>r</i>	再现性 <i>R</i>
0.024 0~0.510	$r=0.000\ 572\ 9+0.030\ 19\ m$	$R=0.000\ 433\ 5+0.075\ 15\ m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

表 A1

实验室	数据	水平					
		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

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由天津市特殊钢厂、冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人郭蕴珊、张英琪。

本标准水平等级标记 GB/T 223.24—94 I

