

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

前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锆和氧化铪含量的测定 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、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：氧化铪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定 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、氧化铪中镍量的测定》(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

镍量的测定

α -联咪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:0.000 5%~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 -联咪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(ρ 1.84 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(300 g/L)。

3.6 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

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

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

3.9 镍标准贮存溶液:

称取 1.000 0 g 金属镍($w(\text{Ni}) > 99.9\%$),置于 300 mL 烧杯中,加入 15 mL 硝酸(ρ 1.42 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 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

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

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

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.10 g 试样^①,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。