

中华人民共和国

国家标准

GB 2590.11 — 81

氧化锆中镍量的测定  
( $\alpha$ -联咪喃甲酰二肟吸光光度法)

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解，在柠檬酸钠存在下，于氨性介质中镍与 $\alpha$ -联咪喃甲酰二肟生成有色络合物，用氯仿萃取，于波长440nm处，测其吸光度。

测定范围：0.0005~0.03%。

2. 试剂

硫酸铵。

硫酸（比重1.84）：优级纯。

氯仿。

氢氧化铵（1+1）。

柠檬酸钠溶液（30%）。

盐酸羟胺溶液（10%）。

$\alpha$ -联咪喃甲酰二肟溶液（1%）：称取1克 $\alpha$ -联咪喃甲酰二肟，溶于50毫升乙醇中，用水稀释至100毫升，混匀。

酚酞溶液（1%）：称取1克酚酞，溶于50毫升乙醇中，用水稀释至100毫升，混匀。

镍标准溶液：

（甲）称取1.0000克金属镍（99.9%以上），置于300毫升烧杯中，加入15毫升硝酸（比重1.42），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1000毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含1.00毫克镍。

（乙）移取25.00毫升溶液（甲），置于250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含100微克镍。

（丙）移取25.00毫升溶液（乙），置于250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含10微克镍。

3. 分析步骤

称取0.1000克试样（随同试样做试剂空白）<sup>①</sup>，置于100毫升干烧杯中，加入2克硫酸铵和2毫升硫酸（比重1.84），盖上表皿，在电炉上加热至试样完全溶解后。冷却，用水吹洗表皿及杯壁，混匀，用水移入100毫升分液漏斗中，加入15毫升30%柠檬酸钠溶液、5毫升10%盐酸羟胺溶液及1滴1%酚酞溶液，用氢氧化铵（1+1）调节至溶液变红，过量8毫升。冷却后，加入5毫升1% $\alpha$ -联咪喃甲酰二肟溶液（每加入一种试剂，均需混匀）。准确加入20毫升氯仿，振荡2分钟。静置分层后<sup>②</sup>，将有机相用滤纸干过滤于25毫升比色管中，移入1厘米液槽中，以不加镍标准溶液的显色液作参比，在分光光度计上，于波长440nm处，测其吸光度。减去试剂空白的吸光度，从工作曲线上查出相应的镍量。

工作曲线的绘制：

移取0.00、0.20、0.50、1.00、1.50、2.00、3.00、4.00毫升镍标准溶液（丙），分别置于一组

100毫升分液漏斗中，加入30毫升水、15毫升30%柠檬酸钠溶液，以下按分析步骤操作，测其吸光度。绘制工作曲线。

镍的百分含量按下式计算：

$$\text{Ni}(\%) = \frac{r \times 10^{-6}}{W} \times 100$$

式中：r——自工作曲线上查得的镍量（微克）；

W——称样量（克）。

4. 允许差

镍含量 (%)	允许差 (%)
0.00050~0.00100	0.00025
>0.00100~0.0050	0.0006
>0.0050 ~0.0090	0.0008
>0.0090 ~0.0150	0.0010
>0.0150 ~0.0300	0.0025

注：① 若含镍量低，则需称取0.2000克试样，以3毫升硫酸（比重1.84）、2克硫酸铵溶解，用3厘米液槽，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20毫升混合洗涤液〔配制方法：用氢氧化铵（1+24）与0.2M EDTA溶液等体积混合〕，振荡1分钟，以下按分析步骤操作。