

## 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

#### $\alpha$ -联吡喃甲酰二肟分光光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide  
—Determination of nickel content  
— $\alpha$ -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 铋盐-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、钪、锆量的测定 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  $\alpha$ -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

### $\alpha$ -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 $\alpha$ -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( $\rho$ 1.84g/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  $\alpha$ -联吡喃甲酰二肼溶液(10g/L)：称取1g  $\alpha$ -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( $\rho$ 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 $\mu$ g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 $\mu$ g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  $\alpha$ -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<sup>②</sup>，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( $r$ 1.84g/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， $\mu\text{g}$ ；

$m_0$ ——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  $2.8 \times S_r$ ， $S_r$  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。