

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量

GB/T 223.23—94

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

代替 GB 223.23—82

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用丁二酮肟分光光度法测定镍量。

本标准适用于生铁、铁粉、碳素钢、合金钢中镍量的测定。测定范围 0.030%~2.00%。

### 2 方法提要

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配合物,测量其吸光度。

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

### 3 试剂

3.1 乙醇(95%以上)。

3.2 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

3.3 硝酸(2+3)。

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

3.5 酒石酸钠溶液(30%)。

3.6 氢氧化钠溶液(10%)。

3.7 丁二酮肟溶液(1%):用乙醇(3.1)配制。

3.8 过硫酸铵溶液(4%)。

3.9 镍标准溶液

3.9.1 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(3.3),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。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 镍。

3.9.2 移取 25.00 mL 镍标准溶液(3.9.1),置于 250 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu$ g 镍。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

镍 量, %	试样量, g
0.03~0.10	0.500 0
>0.10~0.50	0.200 0
>0.50~2.00	0.100 0

#### 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 5~10 mL 硝酸(3.3)或盐酸-硝酸混合酸(3.4),加热溶解后,加 3~5 mL 高氯酸(3.2),蒸发至冒高氯酸烟氧化铬呈六价,稍冷。

4.3.2 加少量水使盐类溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中(含镍量为 0.03%~0.10%时,移入 50 mL 容量瓶中),用水稀释至刻度,混匀。如有沉淀干过滤除去。

移取 10.00 mL(含镍量为 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 4.3.2.1 和 4.3.2.2 进行。

4.3.2.1 显色液:加 10 mL 酒石酸钠溶液(3.5)、10 mL 氢氧化钠溶液(3.6)、2 mL 丁二酮肟溶液(3.7)和 5 mL 过硫酸铵溶液(3.8),每加一种试剂后均要混匀,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.2.2 参比液:加 10 mL 酒石酸钠溶液(3.5)、10 mL 氢氧化钠溶液(3.6)、2 mL 乙醇(3.1)、5 mL 过硫酸铵溶液(3.8),用水稀释至刻度,混匀。

4.3.3 放置 10~20 min 后将部分溶液移入 2 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(3.9.2),分别置于 50 mL 容量瓶中,按 4.3.2.1 显色,以试剂空白为参比按 4.3.3 测量其吸光度。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 9 个水平由 8 个实验室共同实验确定的,精密度见表 2。

表 2

水平范围, % (m/m)	重复性 $r$	再现性 $R$
0.024~2.08	$\lg r = -1.7146 + 0.8221 \lg m$	$\lg R = -1.4495 + 0.8563 \lg m$

如果两个独立测试结果之间差值超过表 2 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	水平	Ni-1	Ni-2	Ni-3	Ni-4	Ni-5
	数据					
1	0.024 8	0.054 0	0.083 2	0.201	0.545	
	0.024 0	0.053 4	0.083 0	0.204	0.543	
	0.023 5	0.053 1	0.082 2	0.206	0.542	
2	0.024 0	0.051 6	0.081 6	0.200	0.542	
	0.023 6	0.053 0	0.083 3	0.195	0.532	
	0.024 0	0.052 2	0.082 0	0.200	0.534	
3	0.024 1	0.054 0	0.083 0	0.207	0.541	
	0.024 1	0.053 8	0.083 7	0.207	0.540	
	0.023 5	0.054 0	0.083 0	0.200	0.541	
4	0.024 7	0.053 8	0.084 9	0.210	0.550	
	0.024 8	0.054 4	0.085 6	0.206	0.554	
	0.025 3	0.055 1	0.083 9	0.212	0.558	
5	0.024 0	0.053 0	0.083 0	0.200	0.538	
	0.024 0	0.053 2	0.083 3	0.200	0.543	
	0.024 1	0.053 2	0.083 4	0.205	0.545	
6	0.024 9	0.055 1	0.084 5	0.207	0.547	
	0.024 2	0.054 4	0.085 0	0.208	0.540	
	0.023 8	0.054 1	0.083 5	0.203	0.545	
7	0.023 7	0.054 5	0.085 0	0.200	0.520	
	0.023 2	0.054 3	0.084 0	0.195	0.530	
	0.023 1	0.054 0	0.085 0	0.205	0.530	
8	0.023 5	0.053 2	0.083 1	0.199	0.551	
	0.023 9	0.052 5	0.081 2	0.200	0.541	
	0.023 5	0.052 5	0.082 5	0.201	0.542	

续表 A1

实验室	水平 数据	Ni-6	Ni-7	Ni-8	Ni-9
		1	0.718 0.716 0.718	1.137 1.146 1.143	1.660 1.628 1.628
2	0.710 0.700 0.706	1.152 1.130 1.130	1.632 1.622 1.622	2.064 2.052 2.042	
3	0.720 0.722 0.720	1.136 1.136 1.142	1.640 1.640 1.658	2.090 2.082 2.100	
4	0.724 0.732 0.727	1.170 1.183 1.168	1.673 1.667 1.679	2.096 2.111 2.089	
5	0.710 0.712 0.716	1.150 1.162 1.160	1.650 1.648 1.650	2.080 2.090 2.088	
6	0.729 0.725 0.720	1.150 1.162 1.157	1.634 1.660 1.659	2.108 2.113 2.112	
7	0.705 0.700 0.700	1.126 1.130 1.160	1.635 1.643 1.640	2.100 2.118 2.100	
8	0.721 0.711 0.720	1.135 1.135 1.161	1.612 1.640 1.625	2.051 2.071 2.075	

**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 223.23—94 I