

UDC 546.831.062
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.3—92

锆及锆合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of nickel content
—Dimethylglyoxime spectrophotometric method

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量

GB/T 13747.3—92

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of nickel content
—Dimethylglyoxime spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中镍含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中镍含量的测定。测定范围：0.0020%~0.15%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用氢氟酸溶解，用硼酸饱和溶液络合过量的氢氟酸，柠檬酸络合主体锆，碘为氧化剂，在氨性溶液中，镍与丁二酮肟生成红色络合物，于分光光度计波长 540nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 氢氟酸(1+1)。

4.2 硼酸饱和溶液。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 柠檬酸溶液(100g/L)。

4.5 氨水(1+1)。

4.6 碘溶液：称取 1.3g 碘、5g 碘化钾置于 500mL 烧杯中，用水溶解并稀释至 500mL，贮于棕色瓶中。

4.7 丁二酮肟-乙醇溶液(2g/L)：称取 0.5g 丁二酮肟溶解于 250mL 乙醇中。

4.8 镍标准贮存溶液：称取 1.000 0g 金属镍(>99.95%)置于 250mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸(4.3)，加热溶解，加入 5mL 硫酸($\rho=1.84\text{g/mL}$)，加热至冒硫酸烟，冷却，移入 1 000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 镍。

4.9 镍标准溶液：移取 50.0mL 镍标准贮存溶液(4.8)于 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 100 μg 镍。

4.10 镍标准溶液：移取 20.0mL 镍标准溶液(4.9)于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 20 μg 镍。

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施