



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.9—2013

代替 GB/T 4325.8—1984, GB/T 4325.9—1984

## 钼化学分析方法 第9部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—  
Part 9: Determination of nickel content—  
Dimethylglyoxime spectrophotometry and flame atomic  
absorption spectrometry

2013-05-09 发布

2014-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.8—1984《钼化学分析方法 丁二酮肟光度法测定镍量》和 GB/T 4325.9—1984《钼化学分析方法 丁二酮肟重量法测定镍量》。本部分与 GB/T 4325.8—1984 和 GB/T 4325.9—1984 相比，主要技术变化如下：

- 保留“丁二酮肟分光光度法”，将“丁二酮肟重量法”改为“火焰原子吸收光谱法”；
- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告条款。

本部分的方法一为仲裁分析方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

**GB/T 4325.9—2013**

本部分起草单位：金堆城钼业股份有限公司、广州有色金属研究院、赣州有色冶金研究所、南昌硬质合金厂。

本部分主要起草人：李巧红、谢明明、蔺佰朝、王峰、张江峰、麦丽碧、李智勇、舒晓丹、孙孝勇、马志军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.8—1984、GB/T 4325.9—1984。

# 钼化学分析方法

## 第9部分:镍量的测定

### 丁二酮肟分光光度法和火焰 原子吸收光谱法

#### 1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中镍量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中镍量的测定。方法一测定范围:0.000 2%~0.010 0%;方法二测定范围:0.000 1%~0.010 0%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(ISO 1042)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(ISO 648)

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原则(ISO 384)

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法(ISO 4787)

#### 3 总则

3.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂;所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内,其性能应达到检定要求的技术参数指标;玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 中规定的 A 级,具体使用方法参照 GB/T 12810 的要求。

#### 4 方法一 丁二酮肟分光光度法

##### 4.1 方法提要

试样经硫酸、硫酸铵分解。柠檬酸铵-氢氧化铵络合钼主体,在 pH 8~9,用二甲基乙二醛肟-三氯甲烷萃取,用 0.5g/L 盐酸反萃取,在碱性介质中、氧化剂存在下,镍与丁二酮肟形成有色络合物,测量其吸光度。

##### 4.2 试剂

4.2.1 硫酸铵。

4.2.2 三氯甲烷。

4.2.3 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。