20××-××-××实施

20××-××-××发布

钴铬钨系合金粉末化学分析方法

第4部分：镍含量的测定

丁二酮肟分光光度法

Methods for chemical analysis of Co-Cr-W alloyed powders

Part 4：Determination of nickel content

Dimethylglyoxime spectrophotometric method

（讨论稿）

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

　中华人民共和国工业和信息化部 发布

YS/T XXXX.4—202X

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX-202X 《钴铬钨系合金粉末化学分析方法》的第4部分：

YS/T XXXX-202X 《钴铬钨系合金粉末化学分析方法》共分为 8个部分：

——第1部分：钴含量的测定电位滴定法；

——第2部分：铬含量的测定硫酸亚铁铵滴定法；

——第3部分：钨含量的测定重量法；

——第4部分：镍含量的测定丁二酮肟分光光度法；

——第5部分：硅含量的测定钼蓝分光光度法；

——第6部分：铁、锰含量的测定电感耦合等离子体光谱法；

——第7部分：碳含量的测定高频燃烧红外吸收法；

——第8部分：氧含量的测定脉冲加热惰气熔融—红外吸收法。

本文件按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件负责起草单位：广东省科学院工业分析检测中心、清远佳致新材料研究院有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、北矿检测技术有限公司、中金岭南有色金属股份有限公司。

本文件主要起草人：xxx、xxx、xxx、xxx、xxx、xxxxxx、xxx

钴铬钨系合金粉末分析方法

第4部分镍含量的测定

丁二酮肟分光光度法

1 范围

本文件规定了钴铬钨系合金粉末中镍含量的测定方法。

本文件适用于钴铬钨系合金粉末中镍含量的测定。测定范围：2.00%～15.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

将试料置于微波消解罐中，用盐酸、硝酸和氢氟酸溶解。以酒石酸钾钠作掩蔽剂，在氢氧化钠的强碱性介质中，以过硫酸铵作氧化剂，镍与丁二酮肟生成可溶性的酒红色络合物。于分光光度计530nm波长处，测量其吸光度。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1乙醇，95%（体积分数）以上。

5.2盐酸（ρ= 1.19g/mL）。

5.3硝酸（ρ= 1.42g/mL）。

5.4氢氟酸（ρ= 1.15g/mL）。

5.5高氯酸（ρ= 1.67g/mL）。

5.6硝酸（2+3）。

5.7氢氧化钠溶液（80g/L）。

5.8酒石酸钾钠溶液（300g/L）。

5.9过硫酸铵溶液（40g/L）。

5.10丁二酮肟溶液（5g/L），用乙醇（3.1）配制。

5.11镍标准贮存溶液（1.0 mg/mL）：称取1.0000克金属镍（*wNi*≥99.99%）置于250mL烧杯中，沿杯壁缓慢加入20mL硝酸溶液（5.6），盖上表皿，加热溶解后，取下冷却至室温，转移至1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.12镍标准溶液（50 μg/mL）：移取5.00 mL镍标准溶液（5.11）， 置于100 mL容量瓶中，加入1 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。

6 仪器

6.1微波消解仪

6.2分光光度计

7 试样

将试样加工至mm以下 (此处待统一规定)。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.2000 g试样，精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白实验

随同试料做空白实验。

8.4 测定

8.4.1将试料（8.1）置于微波消解罐内胆中，加入10mL盐酸（5.2），3mL硝酸（5.3）和2mL氢氟酸（5.4），装入高压消解罐中，再放入微波消解仪，加热至200 ℃待试样溶解完全，取下冷却，定容至100mL塑料容量瓶。

8.4.2按表1移取试液（8.4.1）于250mL再加如烧杯中，加入5 mL高氯酸（5.5），加热至冒浓白烟，取下稍冷。加少量水使盐类溶解，冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3移取5.00 mL试液二份，分别置于50 mL比色管中，分别按 8.4.3.1和8.4.3.2进行。

8.4.3.1显色液：加10 mL酒石酸钾钠溶液（5.8）、10 mL氢氧化钠溶液（5.7）、5 mL丁二酮肟溶液（5.10）和5 mL过硫酸铵溶液（5.9）。每加一种试剂后均要混匀，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3.2参比液：加10 mL酒石酸钾钠溶液（5.8）、10 mL氢氧化钠溶液（5.7）、5 mL乙醇（5.1）和5 mL过硫酸铵溶液（5.9）。每加一种试剂后均要混匀，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.4放置10～15min后将部分溶液移入1cm 吸收皿中，以参比液为参比，在分光光度计上于波长530nm处，测量其吸光度。减去空白试验的吸光度，从校准曲线上查出相应的镍质量（μg）。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 镍的质量分数*w*Ni/% | 分取试液体积*V*/mL |
| 2.00～5.00 | 20.00 |
| 5.00～10.00 | 10.00 |
| 10.00～15.00 | 5.00 |

8.5校准曲线的绘制

移取0、0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL镍标准溶液（5.12），分别置于50mL比色管中，按8.4.3.1显色，以试剂空白为参比，按8.4.4测量其吸光度。以镍质量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

9 试验数据处理

镍含量以镍的质量分数*w*Ni计，按式（1）计算：

$w\_{Ni}=\frac{m\_{1}∙V\_{0}×10^{-6}×R}{m∙V}×100$.............................................（1）

式中：

*m1*——从工作曲线上查得的镍量，单位为微克(μg)；

*V*0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

*R——*稀释倍数；

*m*——试料质量，单位为克(g)。

*V——*分取试液体积，单位为毫升(mL)。

所得结果表示至小数点后两位。数值修约按照GB/T 8170规定执行。

10 精密度

10.1 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或外延法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Ni/% |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |

10.2 再现性

在再现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值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Ni /% |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |

11 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试样；

*——* 使用的标准，GB/T XX-202X；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——* 试验日期。