

中華民國國家標準	<b>鎂合金中鎳定量法</b>	總號	13052
<b>CNS</b>		類號	H2109

### Method of Determination for Nickel in Magnesium Alloys

1. 適用範圍：本標準規定鎂合金中之鎳定量法。
2. 一般事項：分析方法共通之一般事項依CNS 13046〔鎂合金分析法通則〕之規定。
3. 定量方法：定量方法依二甲基乙二醛肟萃取分離吸收光度分析法。
4. 二甲基乙二醛肟萃取分離吸收光度分析法。
  - 4.1 方法概要：以氫氨酸及硝酸分解試樣，加檸檬酸、氫氨酸（hydroxylamine hydrochloride; hydroxylammonium chloride），加氨水使成爲鹼性後，加二甲基乙二醛肟（dimethylglyoxime），以氫仿萃取鎳錯合物。其次以氫氨酸反萃取後加溴水，加氨水使成爲鹼性，加二甲基乙二醛肟使其顯色，測定其吸光度。
  - 4.2 試藥
    - (1) 鎂：CNS 13057〔鎳金屬〕之一號鎳或CNS 1786〔化學試藥（鎂）〕之特級試藥相當品，爲鎳含量少者。
    - (2) 氫氨酸（1+1）
    - (3) 硝酸（1+19）
    - (4) 硝酸
    - (5) 氨水
    - (6) 檸檬酸溶液：溶解檸檬酸一水合物250g於水稀釋爲1L。
    - (7) 溴水（飽和）
    - (8) 氫氨酸（ $\text{NH}_2\text{OHCl}$ ）溶液〔1 W/V %〕。
    - (9) 二甲基乙二醛肟溶液：溶解二甲基乙二醛肟1g於乙醇100mL。
    - (10) 氫仿
    - (11) 鎳標準溶液（0.01mg Ni/mL）：稱取鎳〔99.95wt %以上，CNS 9298〔化學試藥（鎳）〕之特級試藥相當品〕0.100g，以硝酸（1+1）10mL加熱分解後，繼續加熱去除氧化氮。冷卻後移至1000mL之量瓶，加水稀釋至標線作爲原液。以硝酸將此原液正確稀釋成10倍作爲鎳標準溶液。
  - 4.3 試樣稱取量：稱取試樣1g。
  - 4.4 操作
    - (1) 稱取試樣移至燒杯（300mL），覆蓋表玻璃，以每次添加少量之方式加氫氨酸（1+1）15mL分解之。反應轉爲緩慢後予以加熱，加硝酸數滴使試樣完全分解。
    - (2) 冷卻後加檸檬酸溶液20mL，氫氨酸溶液5mL，充分搖動混合後，加氨水10mL。
    - (3) 將此溶液移至第一個分液漏斗（250mL），加水使液量爲約150mL。加二甲基乙二醛肟溶液2mL，充分搖動混合而放置5分鐘以上後，加氫仿10mL，激烈振盪混合約1分鐘以將鎳錯合物萃取於氫仿層，靜置後將氫仿層移至第2個分液漏斗（100mL）。加氫仿5mL於第1個分液漏斗250mL，再進行萃取操作，將氫仿層移至第2個分液漏斗，將此操作再反覆1次。
    - (4) 加氫氨酸（1+1）20mL於氫仿層，激烈振盪混合約1分鐘將鎳逆萃取於氫氨酸層。靜置後將氫仿層移至第3個分液漏斗（100mL）後，加氫氨酸（1+19）10mL再進行反萃取操作，將前後2次反萃取所得之氫氨酸溶液移至50mL之量瓶<sup>(1)</sup>。
    - (5) 加飽和溴水2mL於此溶液而搖動混合放置約1分鐘後，滴加氨水使溴之顏色消失，再加1mL使其過量。冷卻後加二甲基乙二醛肟溶液0.5mL使試樣溶液顯色，加水稀釋至標線振盪混合之。

（共 2 頁）

公布日期 81年10月24日	經濟部標準檢驗局印行	修訂日期 年 月 日
-------------------	------------	---------------