

羰基镍铁粉化学分析方法 镍量的测定 丁二酮肟重量法

Methods for chemical analysis of ferronickel carbonyl powder—
Determination of nickel content—
Dimethylglyoxime gravimetric method

(ISO 6352:1985(1) Ferronickel—Determination of nickel content—
Dimethylglyoxime gravimetric method, MOD)

中华人民共和国有色金属
行业标准
羰基镍铁粉化学分析方法
镍量的测定 丁二酮肟重量法
YS/T 707—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

*

书号:155066·2-20394 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



YS/T 707-2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 6352:1985(1)技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 6352:1985(1) 技术性差异及其原因一览表

表 B.1 本标准与 ISO 6352:1985(1) 技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原因
1	标准适用范围由镍铁变为羰基镍铁粉;拓宽了分析范围,检测上限由 60%扩大至 80%。	明确适用范围,满足产品标准要求。
2	试样溶解方式由硝酸、高氯酸溶解改为试样用盐酸硝酸的混合酸、高氯酸溶解。	根据样品不同的状态采用不同的溶解方式,使样品分解完全。
3	取消氢氟酸,规定了氟化氢铵,混合酸,镍标准溶液。	使得标准中对试剂要求更明了。
4	规定了原子吸收光谱仪的技术指标要求和参考工作条件。	可操作性更强。
5.1	称样量的改变。	既满足试料的代表性又缩短样品分解时间。
5.2	取消空白试验。	沉淀过程为二次沉淀且沉淀试剂均为过滤后使用,因此空白实验没有必要。
5.2.1	试样溶液的制备。	样品分解迅速且完全。
5.2.2	沉淀酸度由 pH10 改为 pH8~9。	可操作性更强。
5.2.7	丁二酮肟乙醇溶液用量由 5 mL 改为:丁二酮肟乙醇溶液用量同一次沉淀时的用量。	使镍沉淀更加完全。
5.2.10	明确混合滤液的酸度。	可操作性更强。
5.2.11	测定滤液中镍量时标准系列浓度和酸度进行调整。	满足仪器要求并使标准系列与样品酸度保持一致。
6	修改了计算公式。	修改后更加明了。
7	修改了对精密度的要求。	符合行业标准格式的要求。
8	规定了质量保证和控制条款。	符合行业标准格式的要求。

前 言

本标准修改采用 ISO 6352:1985(1)《镍铁 镍量的测定 丁二酮肟重量法》。

与 ISO 6352:1985(1)相比,本标准主要有如下变化:

——测定范围由 15%~60%调整为 15%~80%;

——试样称样量由 3.9~4.1 g 调整为 1.000 g;

——取消附录 A,将原子吸收光谱法测定混合滤液中的镍含量与正文合并。

——补充了质量保证和控制条款,增加了重复性限。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由金川集团有限公司负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院、北京有色金属研究总院参加起草。

本标准主要起草人:张发志、于乾勇、吕庆成、林秀英、李霞、虎彩虹、于力、汤淑芳、刘红。

附录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 6352:1985(1) 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 6352:1985(1) 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 6352:1985(1) 章条编号对照

本标准章条编号	ISO 6352:1985(1) 章条编号
1	1
—	2
2	3
3	4
3.1	—
3.2	4.1
3.3	4.4
3.4	4.5
3.5	4.6
3.6	4.7
3.7	4.8
3.8	4.2
3.9	4.3
3.10	4.9
—	4.10
3.11	—
3.12	—
4	5
4.1	—
4.2	—
4.3	—
4.4	5.1
4.5	—
—	5.2、5.3、5.4、5.5、6
5	7
5.1	7.1
—	7.2、7.3
5.2	7.4
5.2.1	7.4.1、7.4.2

羰基镍铁粉化学分析方法
镍量的测定 丁二酮肟重量法

1 范围

本标准规定了羰基镍铁粉中镍量的测定方法

本标准适用于羰基镍铁粉中镍量的测定。测定范围:15%~80%。

2 方法提要

试料经盐酸硝酸的混合酸、高氯酸分解,在氨性介质中,镍与丁二酮肟生成红色丁二酮肟镍沉淀。一次沉淀物经混合酸溶解后进行二次沉淀,沉淀经过滤、洗涤后在 150 °C 电热恒温鼓风干燥箱中干燥至恒重,计算镍量。对混合滤液中的镍量采用原子吸收光谱法测定后进行补正。

3 试剂

如无特殊说明,所用试剂均为分析纯试剂,所用水为一次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 氟化氢铵。
3.2 醋酸(1+1)。
3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
3.4 盐酸(1+9)。
3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
3.6 硝酸(1+1)。
3.7 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
3.8 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
3.9 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L),过滤后使用。
3.10 酒石酸溶液(500 g/L),过滤后使用。
3.11 混合酸:盐酸、硝酸、水的体积比为 2:1:3。
3.12 镍标准溶液:

称取 0.100 0 g 金属镍(镍的质量分数 \geq 99.95%),置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.6),盖上表面皿,低温溶解至小体积,冷却后用水吹洗表面皿和杯壁,加热溶解盐类,冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镍。

4 仪器

4.1 原子吸收光谱仪(附镍空心阴极灯)。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

- 灵敏度:在与测量试液基本一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.09 μ g/mL。
——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度的标准溶液平均吸光度的 0.5%。
——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.80。