

中华人民共和国国家标准

UDC 669.14/.15
: 543.42 : 546.74

钢铁及合金化学分析方法

GB 223.24—82

丁二酮肟-三氯甲烷萃取光度法测定镍

Chemical analysis of iron, steel and alloy
The determination of nickel by the dimethylglyoxime-
trichloromethane extraction photometric method

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准适用于生铁、高锰、高铜、高钴低镍的碳素钢、合金钢和精密合金中镍量的测定。测定范围：0.010~0.500%。

1 方法提要

试样用酸溶解，以柠檬酸为掩蔽剂，加丁二酮肟与镍生成丁二酮肟镍，用三氯甲烷萃取，再用稀盐酸反萃取于水相中。然后在强碱性介质中，以过硫酸铵为氧化剂，氧化丁二酮肟镍成红色络合物，测量其吸光度。

移取液中锰量小于25毫克、铜量小于3.5毫克、钴量小于15毫克不干扰测定。

2 试剂

2.1 硝酸（比重1.42）。

2.2 硝酸（2+3）。

2.3 盐酸（比重1.19）。

2.4 盐酸（1+20）。

2.5 高氯酸（1.67）。

2.6 氢氧化铵（1+1）。

2.7 氢氧化铵（1+30）。

2.8 乙醇。

2.9 三氯甲烷。

2.10 柠檬酸溶液（20%）。

2.11 酒石酸钠溶液（20%）。

2.12 氢氧化钠溶液（0.01N）。

2.13 氢氧化钠溶液（10%）。

2.14 过硫酸铵溶液（3%）。

2.15 丁二酮肟溶液（1%）：乙醇（2.8）配制。

2.16 溴麝香草酚蓝溶液（0.1%）：称取0.1克试剂，置于200毫升烧杯中，加16毫升氢氧化钠溶液（2.12），溶解后用水稀释至100毫升，混匀。

2.17 镍标准溶液

2.17.1 称取0.1000克镍（99.9%以上），置于250毫升烧杯中，加20毫升硝酸（2.2），盖上表面皿，加热溶解后，冷却至室温，移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含100微克镍。