

m —— 试料称取量,单位为克(g);
 K —— 丁二酮肟镍换算为镍的换算系数,为 0.203 2。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差 % (质量分数)

镍含量	允许差
2.00 ~ 8.00	0.15
> 8.00 ~ 15.00	0.20
> 15.00 ~ 20.00	0.25

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作,或者任选的操作;
- 测试实验室名称和地址;
- 本标准的编号。

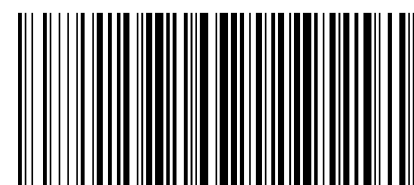


中华人民共和国国家标准

GB/T 31924—2015

含镍生铁 镍含量的测定
丁二酮肟重量法

Nickel pig iron—Determination of nickel content—
dimethylglyoxime gravimetric method



GB/T 31924—2015

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-52570

定价: 14.00 元

2015-09-11 发布

2016-06-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
含镍生铁 镍含量的测定
丁二酮肟重量法
GB/T 31924—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
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 0.5 字数 10 千字
2015年10月第一版 2015年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-52570 定价 14.00 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)68510107

7.3 测定

7.3.1 空坩埚的称量

将 20 mL 热盐酸(见 4.4)、10 mL 硝酸(见 4.3)、30 mL 水的混合液放入过滤坩埚(见 6.1)中过滤,然后以温水洗净坩埚上的酸性物质。将坩埚置于 145 °C 烘箱中干燥 2 h,在干燥器中冷却至室温后,迅速称量。

7.3.2 试料的溶解

7.3.2.1 将试料置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,加入 0.5 g~1 g 氟化铵(见 4.2),放置 2 min,加入 5 mL 盐酸(见 4.4),放置 1 min,加入 20 mL 硝酸(见 4.3),保持体积于低温加热至样品不再溶解[若样品难溶,此时再加入 0.5 g~1 g 氟化铵(见 4.2)],加入 10 mL 高氯酸(见 4.5),继续加热至冒高氯酸烟至体积 2 mL~3 mL,加 40 mL 水煮沸溶解盐类。如果试料溶解完全,按 7.3.3 进行,如样品有少量残渣按 7.3.2.2 进行。

7.3.2.2 若有少量残渣,过滤,滤液收集到 500 mL 烧杯中,用热水洗至无酸性,此为母液。将残渣及滤纸置于铂坩埚中低温灰化,灰化后加入 2 g~3 g 混合熔剂(见 4.1),送入 900 °C 高温炉中熔融 10 min 至清澈,取出摇匀,冷却至室温。以少量水浸取于原烧杯中,用水洗净铂坩埚,加 10 mL 盐酸(见 4.7)酸化,并与母液合并。

7.3.3 试液的处理

向试液(见 7.3.2)中加入 10 mL 酒石酸溶液(见 4.9),将溶液稀释至 250 mL。在不断搅拌下,用氨水(见 4.6)调至 pH 值为 4.5,用 60 °C~80 °C 热水稀释至 300 mL。

7.3.4 沉淀镍

边搅拌边向试液(见 7.3.3)中加入丁二酮肟(见 4.10),约每 1 mg 镍需加入丁二酮肟(见 4.10) 0.4 mL,过量 20 mL(其体积不要超过试液体积的 1/3,以免部分沉淀溶解于乙醇中)。然后边搅拌边用氨水(见 4.6)缓慢将溶液调至 pH 值为 8~9,充分搅拌后静置 30 min,使沉淀凝聚。

7.3.5 过滤、干燥、称量

将沉淀(见 7.3.4)转移至已恒重的干燥过滤坩埚中,用真空泵抽滤,彻底洗净烧杯,用冷水洗沉淀 6 次(抽滤速度不宜过快,勿使沉淀吸干),将过滤坩埚和沉淀置于 145 °C 烘箱中干燥 2 h,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称量,反复烘干至恒重。

8 结果计算

按式(1)计算镍的含量(质量分数):

$$\omega_{\text{Ni}} = \frac{K \times [(m_2 - m_1) - (m_0 - m_3)]}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——试样空白用过滤坩埚和随同试样空白的总质量,单位为克(g);

m_1 ——试样用过滤坩埚质量,单位为克(g);

m_2 ——试样用过滤坩埚和丁二酮肟镍沉淀的总质量,单位为克(g);

m_3 ——试样空白用过滤坩埚质量,单位为克(g);

5 取制样

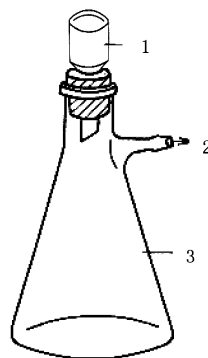
按照 GB/T 28296 的规定进行取制样,研磨的试样粒度应小于 0.125 mm;钻取的试样粒度应介于 0.154 mm~1.68 mm 之间。

6 仪器

采用通常实验室仪器及:

6.1 过滤坩埚,烧结多孔玻璃,孔径 10 μm ~20 μm ,符合 GB/T 11415—1989 规定的 P16 规格或市售 G3、G4 型号坩埚。

6.2 抽滤装置见图 1。



说明:

1——过滤坩埚;

2——抽气;

3——抽滤瓶(500 mL)。

图 1 抽滤装置

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

镍含量(质量分数)/%	试料量/g
2.00~8.00	1.00
>8.00~15.00	0.50
>15.00~20.00	0.20

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本标准起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:袁萍、袁冬雪、郑海东、陈自斌、卢春生。