

中华人民共和国国家标准

UDC 669.24
:543.062

镍化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量

GB 8647.1—88

Nickel · Determination of iron content
— Sulfosalicylic acid spectrophotometric method

本标准适用于镍中铁含量的测定。测定范围:0.000 8%~0.70%。

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》。

1 方法提要

试样用硝酸溶解,在约 7 mol/L 盐酸溶液中,用 4-甲基-2-戊酮和乙酸异戊酯的混合溶剂萃取铁与镍分离,然后用水反萃取,在 pH8.5~11 的氨性溶液中,铁(III)与磺基水杨酸生成稳定的黄色络合物,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

2.2 盐酸(3+2),优级纯。

2.3 氢氧化铵(ρ 0.90 g/mL)。

2.4 硝酸(3+2),优级纯。

2.5 磺基水杨酸溶液(10%)。

2.6 混合萃取剂:4-甲基-2-戊酮与乙酸异戊酯按等体积混合。

2.7 铁标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 铁粉(>99.98%)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水,加热使铁粉溶解完全,加入 10 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)蒸至冒三氧化硫白烟,冷却后,用水洗表皿及杯壁并加水至 50 mL 左右,加热使盐类溶解。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200 μ g 铁。

2.8 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(2.7)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 铁。

3 仪器

分光光度计。

4 分析步骤

4.1 试样处理

将试样置于洁净的 250 mL 烧杯中,加入盐酸(2.2)浸没试样,加热煮沸 10 min,取下,弃去洗液,用水洗涤至溶液无绿色,弃去水层后再用无水乙醇洗涤两次,在 110℃左右烘干备用。

4.2 试样量

按表 1 称取试样。