



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.23~223.25-94

钢铁及合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量 萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量 丁二酮肟重量法测定镍量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy

The dimethylglyoxime spectrophotometric method
for the determination of nickel content

The extraction separation—The dimethylglyoxime
spectrophotometric method for the determination of nickel content

The dimethylglyoxime gravimetric method for
the determination of nickel content

1994-01-17 发布

1994-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量

GB/T 223.24-94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy

代替 GB 223.24-82

The extraction separation—The dimethylglyoxime
spectrophotometric method for the determination of nickel content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量。

本标准适用于生铁、碳素钢、合金钢和精密合金中低含量镍的测定。测定范围：0.010%~0.50%。

2 方法提要

试样用酸溶解，以柠檬酸铵掩蔽铁，加丁二酮肟与镍生成丁二酮肟镍，用三氯甲烷萃取，再用稀硝酸反萃取于水相中，然后在强碱性介质中，以过硫酸铵为氧化剂，镍与丁二酮肟生成红色配合物，测量其吸光度。

移取液中锰量小于 25 mg，铜量小于 3.5 mg，钴量小于 15 mg 不干扰测定。

3 试剂

3.1 三氯甲烷。

3.2 乙醇(95%以上)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 氨水(1+30)。

3.6 硝酸(2+3)。

3.7 硝酸(1+20)。

3.8 盐酸-硝酸混合酸：将一份盐酸(ρ 1.19 g/mL)、一份硝酸(ρ 1.42 g/mL)和二份水相混合。

3.9 柠檬酸铵溶液(20%)。

3.10 溴麝香草酚蓝溶液(0.1%)：称取 0.1 g 溴麝香草酚蓝，加 1 mL 氢氧化钠溶液(3.13)和 50 mL 水溶解后，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.11 丁二酮肟溶液(1%)：用乙醇(3.2)配制。

3.12 酒石酸钠溶液(30%)。

3.13 氢氧化钠溶液(10%)。

3.14 过硫酸铵溶液(4%)。

3.15 镍标准溶液。

3.15.1 称取 0.100 0 g 纯镍(99.99%以上)，置于 150 mL 锥形瓶中，加 20 mL 硝酸(3.6)，加热溶解后，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 镍。