中华人民共和国国家标准

# 钨化学分析方法 丁二酮肟光度法测定镍量

UDC 669.27:543
.42:546.74

GB 4324.8—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The dimethylglyoxime photometric method for
the determination of nickel content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中镍量的测定。测定范围：0.0004～0.01%。

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

试样用焦硫酸钾熔融，柠檬酸－氢氧化铵浸取。在pH8～9以丁二酮肟－三氯甲烷萃取，用0.5N盐酸反萃取。在碱性溶液中，氧化剂存在下，镍与丁二酮肟形成有色络合物，测量其吸光度。

## 2 试剂

**2.1** 焦硫酸钾。

**2.2** 盐酸（0.5N）。

**2.3** 盐酸（1＋9）。

**2.4** 氢氧化铵（比重0.90）。

**2.5** 氢氧化铵（1＋9）。

**2.6** 氢氧化铵（1＋99）。

**2.7** 三氯甲烷。

**2.8** 酒石酸钾钠溶液（20%）。

**2.9** 柠檬酸溶液（50%）。

**2.10** 丁二酮肟乙醇溶液（1%）。

**2.11** 氢氧化钠溶液（15%）。

**2.12** 氢氧化钠溶液（5%）。

**2.13** 丁二酮肟溶液（3%）：用氢氧化钠溶液（5%）配制。

**2.14** 过硫酸铵溶液（5%）。

**2.15** 镍标准溶液

**2.15.1** 称取0.1000g金属镍（99.99%），置于250ml烧杯中，加入10ml硝酸（1＋1），加热溶解，冷却，用水吹洗表皿及杯壁，再加热煮沸片刻，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.10mg镍。

**2.15.2** 移取5.00ml镍标准溶液（2.15.1），置于250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含2 μg镍。

## 3 试样

**3.1** 钨条应粉碎并通过120目筛网。

**3.2** 钨条、钨粉、仲钨酸铵称样后先在电炉上加热30min，再移入高温炉中于750℃灼烧30min，使

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

其转化为三氧化钨。

## 4 分析步骤

### 4.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

### 4.2 试样量

称取0.1000～1.000g试样。

### 4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

### 4.4 测定

**4.4.1** 将试样（4.2）置于30ml瓷坩埚中，加入4 g焦硫酸钾（2.1），置于电炉上除去水分，移入750～800℃的高温炉中熔融，取出冷却。

**4.4.2** 用10ml柠檬酸溶液（2.9）浸取熔块，将熔块洗入250ml烧杯中，加15ml氢氧化铵（2.4），加热使熔块溶解，冷却。用氢氧化铵（2.5）及盐酸（2.3）调节试液为pH 8～9（用广泛pH试纸检查），移入60ml分液漏斗中，加水至30ml左右，加入1 ml酒石酸钾钠溶液（2.8），混匀。用氢氧化铵（2.5）和盐酸（2.3）调节试液至pH 8～9（用广范pH试纸检查），加入1 ml丁二酮肟乙醇溶液（2.10），混匀。静置片刻。

**4.4.3** 加入10ml三氯甲烷（2.7），振荡萃取2 min，静置分层，将有机相移入另一分液漏斗中，水相再加5 ml三氯甲烷振荡，萃取2 min，静置分层，合并有机相，弃去水相。用10ml氢氧化铵(2.6)荡洗有机相一次，静置分层，弃去水相。

**4.4.4** 向有机相中加入5 ml盐酸（2.2）反萃取，振荡2 min，静置分层，弃去有机相，水相移入10ml容量瓶中。

**4.4.5** 加入1 ml酒石酸钾钠溶液（2.8）（从分液漏斗中洗下）、1 ml氢氧化钠溶液（2.11）、1 ml过硫酸铵溶液（2.14）、1 ml丁二酮肟溶液（2.13），每加一种试剂均需混匀。用水稀释至刻度，混匀，静置20min。

**4.4.6** 将部分溶液移入2 cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长520nm处测量其吸光度。

**4.4.7** 减去随同试样所做空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的镍量。

### 4.5 工作曲线的绘制

**4.5.1** 移取0.00，1.50，3.00，4.50，6.00，7.50ml镍标准溶液（2.15.2），分别置于一组60ml分液漏斗中，加水至30ml左右，加入1 ml酒石酸钾钠溶液（2.8），混匀，用氢氧化铵（2.5）和盐酸（2.3）调节试液至pH 8～9（用广泛pH试纸检查），加入1 ml丁二酮肟乙醇溶液（2.10），混匀。静置片刻。以下按4.4.3～4.4.6款进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以镍量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

## 5 分析结果的计算

按下式计算镍的百分含量：

$$\mathrm{Ni}\ (\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中：$m_1$——从工作曲线上查得的镍量，g；

$m$——试样量，g。

## 6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

%

| 镍　　量 | 允 许 差 |
|---|---|
| 0.00040～0.00080 | 0.00030 |
| >0.00080～0.0015 | 0.00040 |
| >0.0015～0.0025 | 0.0005 |
| >0.0025～0.0040 | 0.0006 |
| >0.004～0.010 | 0.001 |

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由南昌硬质合金厂起草。

本标准主要起草人孙孝勇、舒效丹。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 895—77《钨化学分析方法》作废。