中华人民共和国国家标准

UDC 669.27:543
:21:546.74

GB 4324.9—84

钨化学分析方法 丁二酮肟重量法测定镍量

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

本标准适用于钨粉、钨条中镍量的测定。测定范围：0.20～1.50%。

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

试样用硫酸－硫酸铵分解，用柠檬酸络合主体钨，在pH为8～9时，用丁二酮肟沉淀镍，以重量法测定。

2 试剂与材料

2.1 硫酸铵。

2.2 硫酸（比重1.84）。

2.3 氢氧化铵（比重0.90）。

2.4 氢氧化铵（1＋99）。

2.5 柠檬酸溶液（50%），过滤后备用。

2.6 对硝基酚乙醇溶液（1%）。

2.7 丁二酮肟乙醇溶液（1%）：称取1 g丁二酮肟于烧杯中，加入100 ml乙醇溶解，过滤于棕色瓶中。

2.8 pH试纸。

3 仪器

3.1 坩埚式滤器〔3号或4号（30ml）〕。

4 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

5 分析步骤

5.1 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。

5.2 试样量

称取1.000g试样。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样（4.2）置于400ml烧杯中，加7 g硫酸铵（2.1）、10ml硫酸(2.2)，置于电炉高温处

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

加热溶解，取下冷却至室温，用水冲洗表皿及杯壁，并稀释至约200ml。

5.4.2 加入10ml柠檬酸溶液（2.5），用玻璃棒搅拌均匀，加2滴对硝基酚乙醇溶液（2.6），用氢氧化铵（2.3）调节溶液呈黄色后，再调至pH 8～9，用pH试纸（2.8）检查，在不断搅拌下，加入15～20ml丁二酮肟乙醇溶液（2.7），盖上表皿，煮沸，取下，置于沸水浴中加热15min，切断电源，保温90～120min，取下，冷却至室温。

5.4.3 用预先恒量的坩埚式滤器（3.1）过滤，用冷的氢氧化铵溶液（2.4）洗涤烧杯和沉淀约10次，然后将坩埚式滤器（3.1）置于115～125℃烘干60min，取出立即放入干燥器中，冷却至室温（约60min），称量并烘至恒量。由沉淀物的质量减去随同试样所做空白的沉淀物的质量计算镍的百分含量。

6 分析结果的计算

按下式计算镍的百分含量：

$$\mathrm{Ni}\ (\%) = \frac{m_1 \times 0.2032}{m} \times 100$$

式中：m_1——丁二酮肟镍沉淀的质量，g；

m——试样量，g；

0.2032——丁二酮肟镍换算为镍的换算因数。

7 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
0.20～0.80	0.05
>0.80～1.50	0.10

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。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人刘庭柱、谭爱云。

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。