

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 707—2009

---

### 羰基镍铁粉化学分析方法 镍量的测定 丁二酮肟重量法

Methods for chemical analysis of ferronickel carbonyl powder—  
Determination of nickel content—  
Dimethylglyoxime gravimetric method

(ISO 6352:1985(1) Ferronickel—Determination of nickel content—  
Dimethylglyoxime gravimetric method, MOD)

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

---

## 前 言

本标准修改采用 ISO 6352:1985(1)《镍铁 镍量的测定 丁二酮肟重量法》。

与 ISO 6352:1985(1)相比,本标准主要有如下变化:

- 测定范围由 15%~60%调整为 15%~80%;
- 试样称样量由 3.9~4.1 g 调整为 1.000 g;
- 取消附录 A,将原子吸收光谱法测定混合滤液中的镍含量与正文合并。
- 补充了质量保证和控制条款,增加了重复性限。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由金川集团有限公司负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院、北京有色金属研究总院参加起草。

本标准主要起草人:张发志、于乾勇、吕庆成、林秀英、李霞、虎彩虹、于力、汤淑芳、刘红。

# 羰基镍铁粉化学分析方法

## 镍量的测定 丁二酮肟重量法

### 1 范围

本标准规定了羰基镍铁粉中镍量的测定方法

本标准适用于羰基镍铁粉中镍量的测定。测定范围:15%~80%。

### 2 方法提要

试料经盐酸硝酸的混合酸、高氯酸分解,在氨性介质中,镍与丁二酮肟生成红色丁二酮肟镍沉淀。一次沉淀物经混合酸溶解后进行二次沉淀,沉淀经过滤、洗涤后在 150℃ 电热恒温鼓风干燥箱中干燥至恒重,计算镍量。对混合滤液中的镍量采用原子吸收光谱法测定后进行补正。

### 3 试剂

如无特殊说明,所用试剂均为分析纯试剂,所用水为一次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 氟化氢铵。
- 3.2 醋酸(1+1)。
- 3.3 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。
- 3.4 盐酸(1+9)。
- 3.5 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。
- 3.6 硝酸(1+1)。
- 3.7 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。
- 3.8 氨水( $\rho$  0.90 g/mL)。
- 3.9 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L),过滤后使用。
- 3.10 酒石酸溶液(500 g/L),过滤后使用。
- 3.11 混合酸:盐酸、硝酸、水的体积比为 2:1:3。
- 3.12 镍标准溶液:

称取 0.100 0 g 金属镍(镍的质量分数 $\geq$ 99.95%),置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.6),盖上表面皿,低温溶解至小体积,冷却后用水吹洗表面皿和杯壁,加热溶解盐类,冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镍。

### 4 仪器

#### 4.1 原子吸收光谱仪(附镍空心阴极灯)。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量试液基本一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.09  $\mu$ g/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度的标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.80。