

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 252.1—2007
代替 YS/T 252.1—1994

高镍铈化学分析方法 镍量的测定 丁二酮肟重量法

Methods for chemical analysis of nickel matte—
Determination of nickel content—
Dimethylglyoxime gravimetric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
高镍硫化学分析方法
镍量的测定 丁二酮肟重量法

YS/T 252.1—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年7月第一版

*

书号:155066·2-17887

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

YS/T 252《高镍硫化学分析方法》分为五个部分：

YS/T 252.1 高镍硫化学分析方法 镍量的测定 丁二酮肟重量法

YS/T 252.2 高镍硫化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸光度法

YS/T 252.3 高镍硫化学分析方法 钴量的测定 火焰原子吸收光谱法

YS/T 252.4 高镍硫化学分析方法 铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

YS/T 252.5 高镍硫化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法

本部分为第 1 部分。

本部分代替 YS/T 252.1—1994《丁二酮肟重量法测定镍量》。与 YS/T 252.1—1994 相比,本部分主要有如下变化:

——测定范围由 45.00%~70.00%调整为 20%~80%;

——沉淀时溶液酸度由 pH7~pH8 改为 pH8~pH9;

——取消附录 A:EDTA 滴定法测定镍量;

——补充了丁二酮肟光度法测定滤液中的镍量;

——增加了重复性限,补充了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人:刘海东、喻生洁、吕庆成、林秀英、赵军锋、朱玉强。

本部分主要验证人:汤淑芳、于力、麦丽碧、戴凤英、张永进。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替的历次版本的标准发布情况为:

——GB 5194.1—1985;

——YS/T 252.1—1994。

高镍硫化学分析方法

镍量的测定 丁二酮肟重量法

1 范围

本部分规定了高镍硫中镍量的测定方法。

本部分适用于高镍硫中镍量的测定。测定范围:20%~80%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸-氯酸钾饱和溶液分解,在氨性介质中,镍与丁二酮肟生成红色丁二酮肟镍沉淀,与其他杂质元素分离。沉淀过滤、洗涤后烘干至恒量,计算镍量。对混合滤液中的镍量,在 pH6.5 条件下,用三氯甲烷萃取,与其他杂质分离,用丁二酮肟分光光度法测定后进行补正。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+24)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 硫酸(ρ 1.83 g/mL)。

3.7 氨水(1+1)。

3.8 三氯甲烷。

3.9 硝酸-氯酸钾饱和溶液:将氯酸钾溶解于硝酸(3.4)中,直至饱和。

3.10 酒石酸钾钠溶液(200 g/L),过滤后使用。

3.11 乙酸铵溶液(200 g/L),过滤后使用。

3.12 硫代硫酸钠溶液(200 g/L),过滤后使用。

3.13 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L),过滤后使用。

3.14 丁二酮肟-氢氧化钠溶液(10 g/L):将 15 g 氢氧化钠溶解于 100 mL 水中,冷却至室温后,将 1 g 丁二酮肟溶解于该溶液,混匀。

3.15 过硫酸铵溶液(50 g/L)。

3.16 镍标准贮存溶液:

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 10 mL 硝酸(3.5),盖上表面皿,低温溶解完全,加入 2 mL 硫酸(3.6),继续加热至大量白烟冒尽,冷却。用水冲洗表面皿和杯壁,加热溶解盐类,冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 100 μ g 镍。

3.17 镍标准溶液:

移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(3.16)于 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 5 μ g 镍。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 电热恒温水浴锅。