



中华人民共和国国家标准

GB/T 39138.2—2020

金镍铬铁硅硼合金化学分析方法 第2部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法

Methods for chemical analysis of gold nickel chromium iron silicon boron alloys—
Part 2: Determination of nickel content—Dimethylglyoxime gravimetric method

2020-10-11 发布

2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 39138《金镍铬铁硅硼化学分析方法》分为 3 个部分：

——第 1 部分：金含量的测定 硫酸亚铁电位滴定法；

——第 2 部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第 3 部分：铬、铁、硅、硼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 39138 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：贵研铂业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、贵研检测科技(云南)有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、广东省工业分析检测中心、长春黄金研究院有限公司、北京有色金属与稀土应用研究所。

本部分主要起草人：金娅秋、付仕梅、梁洁、朱武勋、鲁瑞智、袁梦艳、左鸿毅、师世龙、郁丰善、杨平平、刘雷雷、孙宝莲、张林娜、王乐乐、杨页好、罗荣根、谢辉、陈小兰、陈永红、苏广东、徐钊、张娟。

金镍铬铁硅硼合金化学分析方法

第2部分:镍含量的测定

丁二酮肟重量法

1 范围

GB/T 39138的本部分规定了金镍铬铁硅硼合金中镍含量的测定方法。

本部分适用于金镍铬铁硅硼合金中镍含量的测定。测定范围:60.00%~80.00%。

2 方法原理

试料用盐酸和硝酸-氯酸钾饱和溶液分解。亚硫酸消除金的干扰,在氨性介质中,镍与丁二酮肟生成沉淀,与其他元素分离,沉淀过滤、洗涤后烘干至恒重,计算镍的质量分数。同时滤液用空气-乙炔火焰,在盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长232.00nm处,测量镍的吸光度,以工作曲线法求得镍量进行修正。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氯酸钾。

3.2 氯化铵。

3.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.4 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.5 亚硫酸($\rho=1.03$ g/mL)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 硝酸(1+1)。

3.8 氨水(1+1)。

3.9 氨水洗液(1+19)。

3.10 硝酸-氯酸钾饱和溶液:将氯酸钾(3.1)溶解于硝酸(3.4)中,直至饱和。

3.11 酒石酸钾钠溶液(200 g/L),过滤后使用。

3.12 乙酸铵溶液(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 镍标准贮存溶液:称取0.1000 g金属镍(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于250 mL烧杯中,加入10 mL硝酸(3.7),盖上表面皿,低温加热溶解完全,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1 000 μ g镍。

3.15 镍标准溶液:移取10.00 mL镍标准贮存溶液(3.14)于100 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸(3.6),用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含100 μ g镍。

4 仪器

4.1 玻璃砂芯坩埚,30 mL, G₄(玻璃砂芯坩埚型号):孔径4 μ m~7 μ m。

4.2 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:

- 特征浓度:在与测量溶液的基本相一致的溶液中,镍的特征浓度应不大于 $0.03 \mu\text{g/mL}$;
- 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”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度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,最高段的吸光值差值与最低段的吸光值之比,应不小于 0.7。

5 试样

试样粒度应不大于 0.095 mm。

6 试验步骤

6.1 试料

称取试样 0.20 g,精确至 0.000 1 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,以少许水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.3),盖上表面皿,低温加热溶解 15 min,取下,冷却。边摇动边加入 20 mL 硝酸-氯酸钾饱和溶液(3.10),加热溶解至体积约 3 mL,取下,冷却。用约 20 mL 水冲洗表面皿及烧杯壁,加热煮沸溶解盐类。冷却至室温后,用中速定量滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯、滤纸及沉淀,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 移取 25.00 mL 试液(6.4.1)于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL,加热至微沸,取下,用水吹洗表面皿及烧杯壁,加入 5 mL 亚硫酸(3.5),保持微沸 30 min,取下,冷却至室温。用中速定量滤纸过滤沉淀,用水洗涤烧杯、滤纸及沉淀各 6 次~7 次,滤液并入 400 mL 烧杯中。

上述滤液,加水至 250 mL,加热至近沸,取下,加入 2 g 氯化铵(3.2),搅匀,加 20 mL 酒石酸钾钠溶液(3.11)、20 mL 乙酸铵溶液(3.12),搅匀,加 40 mL 丁二酮肟乙醇溶液(3.13),搅匀,边搅拌边慢慢加氨水(3.8)至溶液 pH 8~pH 9(约加 30 mL)。继续搅拌 1 min。在 60 °C 水浴保温 10 min 后过滤。

6.4.3 用预先恒重好的玻璃砂芯坩埚抽滤试液(6.4.2),用氨水洗液(3.9)将烧杯中的沉淀完全洗入玻璃砂芯坩埚中,用带橡皮头的玻璃棒将沾附在烧杯壁上的沉淀擦下,用氨水洗液(3.9)冲洗烧杯壁及玻璃棒 8 次,再用温水冲洗烧杯壁及玻璃棒 8 次,每次洗涤液均倒入玻璃砂芯坩埚中,再用温水洗 4 次沉淀,保留滤液。

6.4.4 将带沉淀的玻璃砂芯坩埚(6.4.3)于 120 °C 电热干燥箱烘干 2 h,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称量。重复上述操作,烘干至恒重。

6.5 滤液镍量的补正

6.5.1 滤液(6.4.3)加热微沸浓缩至 200 mL,取下,加入 20 mL 盐酸(3.3),继续加热至微沸,取下,冷却

后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。

6.5.2 使用空气-乙炔火焰,用镍空心阴极灯,于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处,以水调零,用工作曲线法测定镍含量。

6.5.3 移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 镍标准溶液(3.15)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。

与 6.5.2 相同条件下,测量标准溶液吸光度。以镍浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 试验数据处理

镍含量以镍的质量分数 w_{Ni} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{Ni}} = \frac{(m_2 - m_1 - m_0) \cdot V_1 \times 0.2032 + (\rho_1 - \rho_0) \cdot V_1 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_2 ——丁二酮肟镍沉淀和空玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——空玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——空白值,单位为克(g);

V_1 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

0.2032 ——丁二酮肟镍换算成镍的因数;

ρ_1 ——自工作曲线上查得的滤液溶液中镍的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——自工作曲线上查得的空白溶液中镍的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_3 ——滤液的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V_2 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

计算结果表示到小数点后两位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表 1 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用外延法求得。

表 1 重复性限

$w_{\text{Ni}}/\%$	59.90	66.05	79.90
$r/\%$	0.24	0.28	0.33

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列相对允许差。

表 2 允许差

$w_{Ni}/\%$	允许差/ $\%$
60.00~<70.00	0.35
70.00~80.00	0.40

9 试验报告

试验报告中至少应给出以下几个方面内容：

- 试样；
 - 本标准编号(包括发布或出版年号)；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-