



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 223.24—94  
代替 GB 223.24—82

## 钢铁及合金化学分析方法 萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The extraction separation—The dimethylglyoxime  
spectrophotometric method for the determination of nickel content

1994-01-17 发布

1994-10-01 实施

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量

GB/T 223.24—94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The extraction separation—The dimethylglyoxime  
spectrophotometric method for the determination of nickel content

代替 GB 223.24—82

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量。

本标准适用于生铁、碳素钢、合金钢和精密合金中低含量镍的测定。测定范围：0.010%~0.50%。

### 2 方法提要

试样用酸溶解，以柠檬酸铵掩蔽铁，加丁二酮肟与镍生成丁二酮肟镍，用三氯甲烷萃取，再用稀硝酸反萃取于水相中，然后在强碱性介质中，以过硫酸铵为氧化剂，镍与丁二酮肟生成红色配合物，测量其吸光度。

移取液中锰量小于 25 mg，铜量小于 3.5 mg，钴量小于 15 mg 不干扰测定。

### 3 试剂

3.1 三氯甲烷。

3.2 乙醇(95%以上)。

3.3 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

3.4 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)。

3.5 氨水(1+30)。

3.6 硝酸(2+3)。

3.7 硝酸(1+20)。

3.8 盐酸-硝酸混合酸：将一份盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)、一份硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)和二份水相混合。

3.9 柠檬酸铵溶液(20%)。

3.10 溴麝香草酚蓝溶液(0.1%)：称取 0.1 g 溴麝香草酚蓝，加 1 mL 氢氧化钠溶液(3.13)和 50 mL 水溶解后，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.11 丁二酮肟溶液(1%)：用乙醇(3.2)配制。

3.12 酒石酸钠溶液(30%)。

3.13 氢氧化钠溶液(10%)。

3.14 过硫酸铵溶液(4%)。

3.15 镍标准溶液。

3.15.1 称取 0.100 0 g 纯镍(99.99%以上)，置于 150 mL 锥形瓶中，加 20 mL 硝酸(3.6)，加热溶解后，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 镍。

国家技术监督局 1994-01-17 批准

1994-10-01 实施