



中华人民共和国国家标准

GB/T 8647.1—2006
代替 GB/T 8647.1—1988

镍化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法

The methods for chemical analysis of nickel—
Determination of iron content—
Sulfosalicylic acid spectrophotometric method

2006-09-26 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 8647《镍化学分析方法》共分为如下 10 部分：

GB/T 8647.1《镍化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法》；

GB/T 8647.2《镍化学分析方法 铝量的测定 电热原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.3《镍化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法》；

GB/T 8647.4《镍化学分析方法 磷量的测定 钼蓝分光光度法》；

GB/T 8647.5《镍化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.6《镍化学分析方法 镉、钴、铜、锰、铅、锌量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.7《镍化学分析方法 砷、锑、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.8《镍化学分析方法 硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》；

GB/T 8647.9《镍化学分析方法 碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》；

GB/T 8647.10《镍化学分析方法 砷、镉、铅、锌、锑、铋、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁量的测定 发射光谱法》。

本部分为第 1 部分。

本部分代替 GB/T 8647.1—1988《镍化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量》。与 GB/T 8647.1—1988 相比，本部分有如下变动：

——对文本格式进行了修订；

——补充了质量保证和控制条款，增加了重复性条款。

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起草。

本部分主要起草人：李华昌、李培、邓阳修、刘春华、周小兰。

本部分主要验证人：刘海东、喻生洁、文占杰、高泽祥。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8647.1—1988。

镍化学分析方法

铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法

1 范围

本部分规定了镍中铁含量的测定方法。

本部分适用于镍中铁含量的测定。测定范围:0.000 8%~0.7%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,在约 7 mol/L 盐酸溶液中,用 4-甲基-2-戊酮和乙酸异戊酯的混合溶剂萃取铁与镍分离,然后用水反萃取,在 pH8.5~pH11 的氨性溶液中,铁(Ⅲ)与磺基水杨酸生成稳定的黄色络合物,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 盐酸(3+2)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.4 硝酸(3+2)。

3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.6 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.7 磺基水杨酸溶液(100 g/L)。

3.8 4-甲基-2-戊酮。

3.9 乙酸异戊酯。

3.10 混合萃取剂:4-甲基-2-戊酮与乙酸异戊酯按等体积混合。

3.11 铁标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 纯铁($w(\text{Fe})\geq 99.98\%$)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水,盖上表皿,低温溶解至完全,加入 10 mL 硫酸(3.5)蒸至冒三氧化硫白烟,冷却。用水洗表皿及杯壁并加水至 50 mL 左右,加热使盐类溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 200 μg 铁。

3.12 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.11)于 500 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 20 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试样处理

将试样置于 250 mL 烧杯中,加入盐酸(3.2)浸没试样,加热煮沸 10 min,取下,弃去洗液,用水洗涤至溶液无绿色,弃去水层后再用无水乙醇洗涤两次,在 110℃左右烘干备用。

5.2 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。