

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 953.1—2014

火法冶炼镍基体料化学分析方法 第 1 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和丁二酮肟重量法

Methods for chemical analysis of fire smelting nickel substrate material—
Part 1: Determination of nickel content—
Dimethylglyoxime spectrophotometric method and dimethylglyoxime
gravimetric method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 953《火法冶炼镍基体料化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和丁二酮肟重量法；
- 第 2 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：磷量的测定 钼磷钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 6 部分：钴量的测定 5-Cl-PADAB 分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铜量的测定 双环己酮草酰二胺分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 9 部分：碳、硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镍、铬、锰、钴、铜、磷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铅、砷、镉、汞量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 953 的第 1 部分，其中方法 2 为仲裁法。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中宝滨海镍业有限公司。

本部分方法 1 起草单位：中宝滨海镍业有限公司、广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院)。

本部分方法 1 参与起草单位：西北有色金属研究院、山西太钢不锈钢股份有限公司、个旧冶金研究所、中华人民共和国南通出入境检验检疫局。

本部分方法 1 主要起草人：周建男、刘宪彬、罗辉、戴凤英、张永进、孙宝莲、周恺、赵淑英、刘爱坤、韩宁、苏林建、武莲芬、窦怀智、周小露。

本部分方法 2 起草单位：中宝滨海镍业有限公司。

本部分方法 2 参与起草单位：山西太钢不锈钢股份有限公司、河南纳士科技股份有限公司、广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院)、广西银亿科技矿冶公司。

本部分方法 2 主要起草人：周建男、刘宪彬、沈亚红、刘爱坤、胡建春、张小琴、张俊芳、孙慧娜、戴凤英、孙红英、曹国华、崔安芳。

火法冶炼镍基体料化学分析方法

第 1 部分:镍量的测定

丁二酮肟分光光度法和丁二酮肟重量法

1 范围

YS/T 953 的本部分规定了丁二酮肟分光光度法和丁二酮肟重量法测定火法冶炼镍基体料中镍量。

本部分适用于火法冶炼镍基体料中镍量的测定。方法 1 测定范围为 0.50%~5.00%;方法 2 测定范围为 1.00%~25.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法 1 丁二酮肟分光光度法

3.1 方法提要

试料以盐酸、硝酸溶解。以酒石酸钾钠作掩蔽剂,在氢氧化钠碱性介质中,以过硫酸铵作氧化剂,镍与丁二酮肟生成可溶性的酒红色络合物。于分光光度计 460 nm 波长处,测量吸光度,计算镍量。

3.2 试剂

除另有说明,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与其纯度相当的水。

3.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2.3 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

3.2.4 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。

3.2.5 盐酸(1+9)。

3.2.6 氢氧化钠溶液(50 g/L)。

3.2.7 酒石酸钾钠溶液(200 g/L)。

3.2.8 过硫酸铵溶液(30 g/L)。

3.2.9 碱性丁二酮肟溶液(10 g/L):称取 1.0 g 丁二酮肟溶于 100 mL 氢氧化钠溶液(3.2.6)中,贮存于塑料瓶中备用。

3.2.10 镍标准溶液

3.2.10.1 镍标准溶液(1.0 mg/mL):称取 0.500 0 g 金属镍($w_{Ni}\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,沿杯壁加入 20 mL 硝酸溶液(3.2.2),盖上表皿,加热溶解后,取下冷却至室温,转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。