

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6326.1—1992

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 丁二酮肟重量法测定镍量

1992-06-26 发布

1993-01-01 实施

中华人民共和国机械电子工业部 发布

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法
丁二酮肟重量法测定镍量

JB/T 6326.1—1992

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬及镍铬铁合金用丁二酮肟重量法测定镍量的方法。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中镍量的测定。测定范围：50.00%~80.00%。

2 引用标准

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

在醋酸铵缓冲溶液中，用酒石酸作络合剂，在 pH6.0~6.5 时，镍和丁二酮肟沉淀完全，与铁、铬、钴、锰、铝、钛、钼、钒、铌、铜及稀土等元素分离，丁二酮肟镍经 140℃ 烘干至恒量。

4 试剂

- 4.1 盐酸(密度 ρ 1.19 g/ml)。
- 4.2 硝酸(密度 ρ 1.42 g/ml)。
- 4.3 高氯酸(密度 ρ 1.67 g/ml)。
- 4.4 氢氧化铵(密度 ρ 0.90 g/ml)。
- 4.5 盐酸(1+1)。
- 4.6 盐酸(5+95)。
- 4.7 硝酸(1+1)。
- 4.8 氢氧化铵(1+1)。
- 4.9 酒石酸溶液(200 g/L)：过滤后使用。
- 4.10 醋酸铵溶液(500 g/L)：过滤后使用。
- 4.11 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L)：过滤后使用。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取试样 0.1000 g。

5.2 测定

5.2.1 将试样置于 250 ml 烧杯中，加入 5 ml 盐酸(4.1)，5 ml 硝酸(4.2)，盖上表面皿，缓慢加热至溶解。待溶解完毕，加入 5 ml 高氯酸(4.3)，加热蒸发至冒烟，移至低温处继续冒高氯酸烟回流 10~15 min，至铬全部氧化成高价，取下稍冷，加 10 ml 盐酸(4.5)，50 ml 水，加热溶解盐类。

5.2.2 将溶液用定量滤纸过滤，滤液置于 500 ml 烧杯中，用稀盐酸(4.6)洗净烧杯，并洗涤滤纸和沉淀 7~8 次，使溶液总体积控制在 300 ml。

5.2.3 加入 10 ml 酒石酸溶液(4.9), 20 ml 醋酸铵溶液(4.10), 边搅拌边滴加氢氧化铵(4.8), 调节溶液至 pH6.0~6.5。

5.2.4 将溶液加热至 60~70℃, 在不断搅拌下加丁二酮肟乙醇溶液(4.11)(按每 1 mg 镍、钴、铜加入丁二酮肟乙醇溶液 0.6 ml 计算)冷却至室温。

5.2.5 用恒量的 F3-3 坩埚式滤器(古氏)负压抽滤, (速度不宜太快, 切不可将沉淀吸干), 以少量水多次洗涤烧杯和沉淀的用水量一般在 200 ml 左右。

5.2.6 将玻璃坩埚置于烘箱中, 于 140℃ 烘干至恒量。

6 分析结果的计算

按下式计算镍的百分含量。

$$\text{Ni}(\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.2032}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——玻璃坩埚和丁二酮肟镍沉淀的质量, g;

m_2 ——玻璃坩埚的质量, g;

m ——试样量, g;

0.2032——丁二酮肟镍换算为镍的系数。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

表		%
镍 含 量	允 许 差	
50.00~60.00	0.40	
>60.00~80.00	0.50	

附加说明:

本标准由机械电子工业部上海电器科学研究所提出并归口。

本标准由天津市电工合金厂起草。

本标准主要起草人赵世育、刘青海。