



中华人民共和国国家标准

GB/T 26305—2010

氧化镍化学分析方法 镍量的测定 电沉积法

The method for chemical of nickel oxide—
Determination of nickel content—Electrolytic deposition method

(ISO 12169:1996,MOD)

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氧化镍化学分析方法
镍量的测定 电沉积法
GB/T 26305—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址:www.gb168.cn

服务热线:010-68522006

2011年8月第一版

*

书号:155066·1-42736

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用 ISO 12169:1996《氧化镍 镍量的测定 电解沉积法》。与 ISO 12169:1996 相比,本标准主要变化如下:

- 引用标准采用与国际标准 ISO 3696 对应的 GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》;
- 试剂用乙醇代替甲醇;
- 在 4.8、4.9 中,用“优级纯”试剂代替“试剂级”试剂;
- 在 5.1 中将“半微量分析天平,感量 0.01 mg”,根据实际操作要求改为“分析天平,感量 0.1 mg”;
- 在 5.3 中将“阳极为螺旋线圈状”改为“阳极为螺旋线圈状或网状”;
- 在 7.1.1 中,将称样量“精确到 0.001 g”改为“精确到 0.1 mg”,用“烧杯”代替“派热克斯烧杯”;
- 在 7.1.4 中用“中速定量滤纸”代替“40# 滤纸(whatman)”;
- 时间进行量化。将 7.2.3 中电解沉积“隔夜”改为“14 h”;7.2.5 中“干燥一会儿”改为“干燥 2 min”;
- 在 8.2 精密度部分,用重复性限和再现性限代替实验室试验和统计分析。

本标准与 ISO 12169:1996 各条款的对应关系见附录 D。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位:金川集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本标准参加起草单位:浙江华友钴业股份有限公司、兰州大学。

本标准主要起草人:邱平、林秀英、赵永善、祁世青、谢柏华、张海霞、刘晓燕。

氧化镍化学分析方法

镍量的测定 电沉积法

1 范围

本标准规定了氧化镍和部分还原氧化镍中镍量的电沉积测定方法。

本标准适用于氧化镍和部分还原氧化镍中镍量的电沉积测定方法,测定范围:70%~95%(质量分数)。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

3 方法原理

试料用硝酸和氯酸钾溶液溶解,加硫酸冒烟除去硝酸,用焦硫酸钾熔融分解溶解残渣。在氨水介质中电解沉积镍,称量沉积物质量。用原子吸收光谱法测定氨电解液中残余镍的质量加上沉积镍的质量即为实际镍的质量。测定样品中用水分修正沉积物中镍的净质量。

4 试剂

除非特别说明,所用试剂为分析纯,水为 GB/T 6682 中规定的 2 级水。

4.1 盐酸, $\rho_{20}=1.18\text{ g/mL}$,稀释至(1+1)。

4.2 硫酸, $\rho_{20}=1.84\text{ g/mL}$,稀释至(1+1)。

4.3 硝酸, $\rho=1.41\text{ g/mL}$,稀释至(1+1)。

4.4 氢氟酸, $\rho_{20}=1.13\text{ g/mL}$,稀释至(1+1)。

警告:氢氟酸对皮肤和粘膜具有极强的刺激性、腐蚀性,会造成严重的灼伤且不易治愈。一旦皮肤接触了氢氟酸,用水充分清洗后就医。

4.5 氨水, $\rho_{20}=0.89\text{ g/mL}$ 。

4.6 氯酸钾(KClO_3),优级纯。

警告:氯酸钾是一种强氧化剂,与某些物质混合后,会发生爆炸。

4.7 焦硫酸钾($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$),优级纯。

4.8 丁二酮肟溶液:1 g 丁二酮肟溶解于 100 mL 乙醇中。

5 仪器

5.1 分析天平,感量 0.1 mg。

5.2 电解沉积装置(见图 1)。