

中华人民共和国国家标准

黄铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镍量

UDC 669.35'5:543
.422:546.74

GB 5122.20-85

Methods for chemical analysis of brass
The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of nickel content

本标准适用于黄铜中镍量的测定。测定范围：0.05~0.50%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硝酸盐混酸溶解，在稀混酸介质中，于原子吸收分光光度计波长232.0nm处，以空气-乙炔火焰测量其吸光度。基体和共存元素均不干扰测定。

2 试剂

2.1 硝酸盐混酸：1体积盐酸（比重1.19）、1体积硝酸（比重1.42）和2体积水混合。

2.2 镍标准贮存溶液：称取0.1000g纯镍（纯度99.9%）于250ml烧杯中，加入20ml硝酸（1+1），加热溶解，冷却，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1mg镍。

2.3 镍标准溶液：移取10.00ml镍标准贮存溶液（2.2）于100ml容量瓶中，加入20ml硝酸盐混酸（2.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100μg镍。

3 仪器

3.1 镍空心阴极灯。

3.2 原子吸收分光光度计。

所用原子吸收分光光度计应达到下列指标：

a. 最低灵敏度：工作曲线中所用五个等间隔浓度标准溶液中，最高浓度标准溶液的吸光度，应不低于0.30。

b. 工作曲线线性：工作曲线中所用五个等间隔浓度标准溶液中，两个最高浓度标准溶液的吸光度之差和最低浓度标准溶液与零浓度溶液的吸光度之差的比值，应不小于0.80。

c. 最小稳定性：工作曲线中所用最高浓度标准溶液和零浓度溶液多次测量所得的吸光度，相对于最高浓度吸光度平均值的变异系数，应分别小于1.5%和0.6%。最小稳定性变异系数的计算见附录A（补充件）。

仪器工作条件见附录B（参考件）。

4 分析步骤

4.1 测定数量

对同一试样需平行分析三次。

4.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

镍 量, %	试 样 量, g
0.05~0.10	1.500
>0.10~0.30	0.8000
>0.30~0.50	0.4000

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样 (4.2) 置于 250 ml 烧杯中, 加入 20 ml 硝盐混酸 (2.1), 加热使其完全溶解, 冷却, 移入 100 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.4.2 移取 20.00 ml 溶液 (4.4.1) 于 100 ml 容量瓶中, 加入 10 ml 硝盐混酸 (2.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.4.3 于原子吸收分光光度计波长 232.0 nm 处, 用空气-乙炔火焰, 与标准系列溶液同时, 以水调零测量溶液 (4.4.2) 吸光度。

4.4.4 自工作曲线上查出镍浓度。

4.5 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 镍标准溶液 (2.3) 于一组 100 ml 容量瓶中, 分别加入 15 ml 硝盐混酸 (2.1), 用水稀释至刻度, 混匀。以下按 4.4.3 测量其吸光度。并以镍浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算镍的百分含量:

$$\text{Ni}(\%) = \frac{(c_2 - c_1) V \times 5 \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: c_1 ——自工作曲线上查得空白溶液的镍浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

c_2 ——自工作曲线上查得试样溶液的镍浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

V ——被测溶液的体积, ml;

m ——试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差:

GB 5122.20—85

表 2

%

镍 量	允 许 差
0.05~0.10	0.015
>0.10~0.25	0.02
>0.25~0.50	0.05

附录 A
最小稳定性变异系数的计算
(补充件)

A.1 最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度读数的变异系数计算公式如下：

$$S_c = \frac{100}{\bar{c}} \sqrt{\frac{\sum (c - \bar{c})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{c}} \sqrt{\frac{\sum (o - \bar{o})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中： S_c —— 最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数；
 S_o —— 零浓度标准溶液吸光度的百分变异系数；
 \bar{c} —— 最高浓度标准溶液吸光度的平均值；
 c —— 最高浓度标准溶液的吸光度；
 \bar{o} —— 零浓度溶液吸光度的平均值；
 o —— 零浓度溶液的吸光度；
 n —— 测量次数。

附录 B
仪器工作条件
(参考件)

使用 WFD - Y 2 型原子吸收分光光度计测量镍的工作条件参数。

波 长 nm	灯电流 mA	通 带 Å	燃烧器高度 mm	空 气 L/h	乙 炔 L/h	备 注
232.0	6	2	6	500	100	燃烧器转一定角度

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北铜加工厂负责起草。

本标准由北京有色金属与稀土应用研究所起草。

本标准主要起草人严素荣。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 54—76《黄铜化学分析方法》作废。