

中华人民共和国国家标准

GB/T 8647.7—2006
代替 GB/T 8647.7—1988

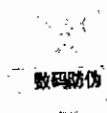
镍化学分析方法 砷、锑、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法

The methods for chemical analysis of nickel
—Determination of arsenic, antimony, bismuth, tin and lead contents
—Electrothermal atomic absorption spectrometric method

(ISO 7523:1985, Determination of silver, arsenic, bismuth, cadmium,
lead, antimony, selenium, tin, tellurium and thallium contents
—Electrothermal atomic absorption spectrometric method, NEQ)

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、铋、铊、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、铋、铊、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁量的测定 发射光谱法》。

本部分为第 7 部分。

本部分与 ISO 7523—1985《金属镍 银、砷、铋、镉、铅、铊、硒、锡、碲和铊量的测定——电热原子吸收分光光度法》的一致性程度为非等效。

本部分代替 GB/T 8647.7—1988《镍化学分析方法 电热原子吸收分光光度法测定砷、铋、铊、锡、铅量》。与 GB/T 8647.7—1988 相比，本部分主要有如下变动：

——对文本格式进行了修订，补充了质量保证和控制条款；

——砷、铋、铊、锡测定范围由 0.000 2%~0.001 5%调整为 0.000 2%~0.003 0%。

——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、于力、高介平、于振祥、朱儒林。

本部分主要验证人：刘海东、喻生洁、高泽祥、文占杰。

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 8647.7—1988。

镍化学分析方法

砷、铋、铊、锡、铅量的测定

电热原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了镍中砷、铋、铊、锡、铅含量的测定方法。

本部分适用于镍中砷、铋、铊、锡和铅含量的测定。测定范围 0.000 2%~0.003 0%。

2 方法提要

试料用硝酸分解。将一定体积的溶液引入电热原子化器中,用原子吸收光谱仪,在各元素的特征波长处,分别测量各个元素的吸光度。

3 试剂

制备溶液和分析用水均为二级水或相当纯度的实验室用水。实验所用器皿均用硝酸(3.2.2)充分浸泡后用水彻底清洗。

3.1 高纯金属镍 [$w(\text{Fe}) \leq 0.000 5\%$, $w(\text{X}) \leq 0.000 1\%$ (X 分别为砷、铋、铊、锡、铅)]。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$),高纯。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+19)。

3.5 氢氟酸($\rho 1.13 \text{ g/mL}$)。

3.6 铅标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 金属铅 [$w(\text{Pb}) \geq 99.95\%$] 置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,于电热板上低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物。取下,冷至室温,移入盛有 20 mL 硝酸(3.3)的 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.7 铋标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 金属铋 [$w(\text{Bi}) \geq 99.95\%$] 置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,于电热板上低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物。取下,冷至室温,移入盛有 20 mL 硝酸(3.3)的 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.8 砷标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 单体砷 [$w(\text{As}) \geq 99.95\%$] 置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,于电热板上低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物。取下,冷至室温,移入盛有 20 mL 硝酸(3.3)的 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

注:如单体砷表面被氧化,可用 40 g/L 氢氧化钠溶液浸泡至出现金属光泽后取出,用蒸馏水清洗后再用无水乙醇去除水分,用滤纸吸干后称重。

3.9 铊标准贮存溶液:准确称取 0.274 0 g 酒石酸铊钾 [$\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$] 于 150 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 铊。

注:该溶液久置会形成霉菌,应新鲜配制。较稀的酸性溶液稳定。

3.10 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡 [$w(\text{Sn}) \geq 99.95\%$] 置于 100 mL 塑料烧杯中,加入 1 mL 硝酸(3.2)、1 mL 氢氟酸(3.5),溶解后移入 100 mL 容量瓶中,以水定容,立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

3.11 铅、铋、砷、铊、锡混合标准溶液

3.11.1 分别移取 10.00 mL 标准贮存溶液(3.6、3.7、3.8、3.9、3.10)于盛有 100 mL 硝酸(3.3)的

1 000 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 分别含 10 μg 铅、铋、砷、锑、锡。

3.11.2 移取 10.00 mL 混合标准溶液(3.11.1)于盛有 10 mL 硝酸(3.3)的 100 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 分别含 1 μg 铅、铋、砷、锑、锡(用时现配)。

3.12 镍溶液(40 mg/mL):称取 10.00 g 高纯金属镍(3.1),置于 500 mL 烧杯中,加适量水,分次加入 140 mL 硝酸(3.3),放置,待剧烈反应停止后,加热至完全溶解。微沸驱除氮的氧化物,冷却,用预先以硝酸(3.3)洗过的致密滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中,用水洗涤滤纸。以水定容。此溶液约含体积分数为 5%的硝酸。

4 仪器

原子吸收光谱仪(具有扣除背景功能),配有电热原子化器,附砷、锑、铋、锡、铅空心阴极灯或无极放电灯。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.500 0 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

用同批硝酸溶解高纯金属镍和试料。以标准系列溶液的零浓度溶液作为试料空白。

5.3 试料溶解

将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 12 mL 硝酸(3.3),加热至完全溶解,冷却。移入 50 mL 容量瓶中,以水定容。

5.4 最佳参数的选择

根据仪器说明书推荐的条件及本实验室的实践经验,对所用的原子化器和取样量(5 μL~30 μL)选择各元素电热原子化的最佳参数。

5.5 测定

5.5.1 各元素测定波长如表 1。

表 1 测定波长

元 素	As	Sb	Bi	Sn	Pb
波长/nm	193.7	217.6	223.1	286.3	283.3

5.5.2 调整需要的仪器参数至最佳状态,并按所选条件(5.5)调整电热原子化器。

5.5.3 用预定的加热程序空烧石墨管两次。

5.5.4 将预定体积的试液(5.3)注入原子化器中,按设定程序原子化并记录待测元素的吸光度,每份试液测定两次,取其平均值。以平均吸光度减去试料空白的平均吸光度,从工作曲线上查出相应的砷、锑、铋、锡和铅的浓度。

5.6 工作曲线

5.6.1 工作曲线标准溶液的配制

用滴定管向 6 个 50 mL 容量瓶中各加入 12.50 mL 镍溶液(3.12),分别加入 0 mL、1.00 mL、2.50 mL、3.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 混合标准溶液(3.11.2)。用硝酸(3.4)稀释至刻度,混匀。该系列标准溶液含有砷、锑、铋、锡、铅的浓度分别为 0 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、70 ng/mL、100 ng/mL、150 ng/mL。

5.6.2 测定

与试液同时测定标准溶液(5.4)的吸光度。计算每个标准溶液的平均吸光度(减去零浓度标准溶液的吸光度),以标准溶液的浓度为横坐标,平均吸光度为纵坐标分别绘制砷、锑、铋、锡和铅的工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算各元素的质量分数 $w(X)$, 数值以%表示:

$$w(X) = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——被测元素;

ρ ——试液中被测元素的质量浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试液的总体积, 单位为毫升(mL);

m ——试料的质量, 单位为克(g)。

所得结果保留至 7.2 所列允许差的相应位数。

7 精密度

7.1 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 在以下给出的平均值范围内, 这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r), 超过重复性限(r)的情况不超过 5%。实验室内重复性如表 2 所列。

表 2 重复性限

元素	质量分数/%	r /%
As	0.000 3	0.000 06
As	0.001 6	0.000 20
Sb	0.000 3	0.000 06
Sb	0.001 2	0.000 17
Bi	0.000 8	0.000 15
Bi	0.001 2	0.000 20
Sn	0.000 2	0.000 07
Sn	0.001 2	0.000 2
Pb	0.000 4	0.000 08
Pb	0.000 8	0.000 12

7.2 实验室之间允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 实验室之间允许差

质量分数/%	允许差/%
0.000 2~0.000 6	0.000 1
>0.000 6~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.003	0.000 3

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时, 也可用控制样替代), 每周或每两周验证一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时, 应找出原因, 纠正错误后, 重新进行校核, 并采取相应的预防措施。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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 8647.7—2006

*

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.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

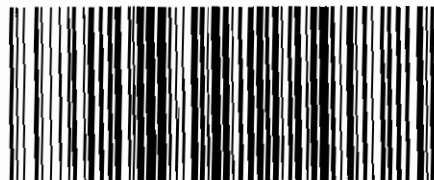
*

书号: 155066·1-28841 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 8647.7-2006