

中华人民共和国国家标准

高纯阴极铜化学分析方法 塞曼效应电热原子吸收光谱法测定镍量

GB/T 13293.8—91

Higher purity copper cathode—
Determination of nickel content—Zeeman effect
electrothermal atomic absorption spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高纯阴极铜中镍含量的测定方法。

本标准适用于高纯阴极铜中镍含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.002%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用硝酸溶解,将一定体积的试液注入电热原子化器中,用塞曼效应原子吸收光谱仪,于波长 232.0 nm 处,测量其吸光度。标准溶液中含有与试液相同浓度的铜基体。

4 试剂

制备溶液和分析用水均为 2 次蒸馏水。实验所用器皿均用硝酸(4.3)浸泡 12 h 后用水彻底清洗。

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),高纯。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 硝酸(1+19)。

4.4 铜溶液(50 mg/mL):称取 10.00 g 金属铜(含铜>99.99%,含镍<0.000 05%)置于 400 mL 烧杯中,分次加入 80 mL 硝酸(4.2),冷溶,待激烈反应停止后,低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温。移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5 镍标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镍(>99.95%)置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(4.2),盖上表皿,低温加热至完全溶解,冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 镍。

4.6 镍标准溶液:移取 5.00 mL 镍标准贮存溶液(4.5)于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 镍。

5 仪器

原子吸收光谱仪,配有电热原子化器,附镍空心阴极灯。

仪器配备有塞曼效应背景校正装置。

国家技术监督局 1991-12-14 批准

1992-10-01 实施

GB/T 13293.8—91

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.001 g。

表 1

镍含量, %	试料, g	稀释体积, mL	标准溶液中加入铜溶液(4.4)体积, mL
0.000 1~0.000 5	1.000	100	10
>0.000 5~0.002 0	0.500	200	2.5

6.2 空白试验

用同批硝酸(4.2)同时溶解金属铜(含铜>99.99%,含镍<0.000 05%)和试料(6.1)以标准溶液系列的“零”浓度溶液作为试料空白。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 8 mL 硝酸(4.2),低温加热至完全溶解。加入少量水,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温,按表 1 移入相应体积的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 根据仪器说明书推荐的条件,选择镍的电热原子化最佳参数和进样量。

6.3.3 将仪器调至最佳状态,并按所选条件(6.3.2)调整电热原子化器。

6.3.4 用预定的加热程序空烧石墨管 2 次。

6.3.5 按预定的进样量将试液(6.3.1)注入原子化器中,按预定程序进行原子化并测量镍的吸光度。每份试液测量 2 次,取其平均值,减去试料空白溶液的平均吸光度,从工作曲线上查出相应的镍浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 分别移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00 mL 镍标准溶液(4.6)于一组 50 mL 容量瓶中,按表 1 加入铜溶液(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 在与测量试液相同的条件下,同时测量标准溶液系列的吸光度,每份标液测量 2 次,取其平均值,减去“零”浓度溶液的平均吸光度。以镍浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算镍的百分含量:

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

式中: c ——自工作曲线上查得的镍浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液体积, mL;

m ——试料的质量, g。

8 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/T 13293.8—91

表 2

%

镍 含 量	允 许 差
0.000 10~0.000 30	0.000 09
>0.000 30~0.000 60	0.000 18
>0.000 6~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.002 0	0.000 4

附录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 PE-5100 型原子吸收光谱仪, ZHGA-600 型电热原子化器测量镍的参考工作条件见表 A1。

表 A1

元 素		Ni			
波长, nm		232.0			
光谱通带, nm		0.2			
灯电流, mA		15			
石墨管		热解涂层石墨管			
进样量, μL		20			
原子化程序	阶 段	程 序	温 度 ℃	时 间, s	
				斜波升温	保 持
	干燥	1	150	40	20
	灰化	2	1 000	30	40
	原子化	3	2 500	0	3
	清除	4	2 650	1	10
	冷却	5	20	1	10

注：① 采用最大功率升温。测量峰面积。

② 除原子化停气外,其他程序氩气流量均为 300 mL/min。

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由北京矿冶研究总院负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院起草。

本标准主要起草人金醉宝、李万春。