

GB/T 8220.12—1998

前 言

本标准是对 GB/T 915—1995《铋》附录 H 的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元：标准的起草与表述规则 第 1 部分：标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起，同时代替 GB/T 915—1995《铋》附录 H。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准主要起草人：朱丽娟、张东风。

中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法
电热原子吸收光谱法测定镍量

GB/T 8220.12—1998

Methods for chemical analysis of bismuth

—Determination of nickel content—

Electrothermal atomic absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了铋中镍量的测定方法。

本标准适用于铋中镍量的测定。测定范围：0.000 3%~0.001%。

2 方法提要

试料以硝酸溶解，将适量溶液引入电热原子化器中，于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处测量镍的吸光度，用基体加入法绘制工作曲线，求得试料中镍的含量。

3 试剂

制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水，实验所用器皿均用稀硝酸浸泡后，用二次蒸馏水彻底清洗。

3.1 硝酸(1+1)，优级纯。

3.2 硝酸(2+98)，优级纯。

3.3 镍标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属镍($\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.1)，盖上表皿，低温加热溶解完全，取下，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.4 镍标准溶液：移取 1.00 mL 镍标准贮存溶液(3.3)于 100 mL 容量瓶中，以硝酸(3.2)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镍。

3.5 镍标准溶液：移取 10.00 mL 镍标准溶液(3.4)于 100 mL 容量瓶中，以硝酸(3.2)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 镍。

3.6 铋溶液(100 mg/mL)：称取 10.00 g 高纯铋($\geq 99.999\%$)，于 250 mL 高型烧杯中，加 40 mL 硝酸(3.1)，加热溶解完全后，取下，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用 5 mL 硝酸(3.1)冲洗烧杯，并入容量瓶中，以硝酸(3.2)稀释至刻度，混匀。

4 仪器

石墨炉原子吸收光谱仪(带扣背景装置)，附自动进样器及镍空心阴极灯。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

国家质量技术监督局 1998-08-19 批准

1999-03-01 实施

GB/T 8220.12—1998

称取 0.500 0 g 试样。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 25 mL 烧杯中,加入 4.0 mL 硝酸(3.1),盖上表皿,低温加热至完全溶解,取下,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,以硝酸(3.2)稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按附录 A 调整仪器参数至最佳状态,并按所选择的条件调整电热原子化器。用选定的加热程序空烧石墨管两次。

5.3.3 将试液注入原子化器中,按原子化程序原子化。于波长 232.0 nm 处测量镍的吸光度,每份试液测定两次,取其平均值,减去试料空白溶液吸光度的平均值,在工作曲线上查出相应的镍浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 镍标准溶液(3.5)于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 5.0 mL 铋溶液(3.6),用硝酸(3.2)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与试料测定相同的条件下,测量标准溶液的吸光度,每份溶液测定两次,取其平均值,减去标准系列中“零”浓度溶液吸光度的平均值,以镍浓度为横坐标,吸光度平均值为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算镍的百分含量:

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

式中:c——自工作曲线上查得的镍浓度,μg/mL;

V——试液总体积,mL;

m——试料的质量,g。

分析结果应保留 2 位有效数字。

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:

镍 量	允 许 差
0.000 3~0.000 6	0.000 1
>0.000 6~0.001 0	0.000 2

%

GB/T 8220.12-1998

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

P E3030B 型原子吸收光谱仪、HGA-600 型石墨炉原子化器测定的参考工作条件,见表 A1:

表 A1

元 素	镍	原 子 化 程 序				
		阶段	步骤	温度, C	斜坡, s	保持, s
波长, nm	232.0					
狭缝, nm	0.7	干燥	1	120	5	30
灯电流, mA	9	灰化	2	800	5	20
				1 400	5	15
石墨管	热解涂层加平台	原子化	3	2 600	0	5
进样量, μ L	20	净化	4	2 700	1	2
		冷却	5	30	3	3