

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定镍量

UDC 669.14/.15
: 543.06

Methods for chemical analysis
of iron, steel and alloy

GB 223.54—87

The flame atomic absorption spectrophotometric
method for the determination of nickel content

本标准适用于铸铁、碳素钢、低合金钢中镍量的测定。测定范围：0.005%~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

试样以适当的混合酸分解，加高氯酸蒸发至冒烟后，以水溶解盐类，试样溶液喷入空气-乙炔火焰中，用镍空心阴极灯作光源，于原子吸收分光光度计波长 232.0nm 处，测量其吸光度。

为消除基体影响，绘制校准曲线时，应加入与试样溶液相近的铁量。

2 试剂

2.1 高氯酸(ρ 1.67g/ml)。

2.2 盐酸-硝酸混合酸：将三份盐酸(ρ 1.19g/ml)、一份硝酸(ρ 1.42g/ml)，和二份水相混合，用时配制。

2.3 硝酸-高氯酸混合酸：将 100ml 硝酸(ρ 1.42g/ml)与 800ml 高氯酸(2.1)混合，用水稀释至 1l，混匀。

2.4 纯铁溶液：称取 10g 纯铁(镍含量小于 0.0005%)，置于 800ml 烧杯中，加入 100ml 盐酸-硝酸混合酸(2.2)，加热至全部溶解，加入 120ml 高氯酸(2.1)，蒸发至冒高氯酸白烟，并保持 1min，冷却，加 100ml 水，加热溶解盐类，冷却后，移入 250ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.5 镍标准溶液

2.5.1 称取 1.0000g 金属镍(<99.9%)，置于 250ml 烧杯中，加 50ml 硝酸(1+1)加热溶解后，冷却至室温，移入 1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1ml 含 1.0mg 镍。

2.5.2 移取 10.00ml 镍标准溶液(2.5.1)，置于 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1ml 含 100 μ g 镍。

3 仪器

原子吸收分光光度计，备有空气-乙炔燃烧器，镍空心阴极灯。空气、乙炔要足够纯净(不含水、油及镍)，以提供稳定清澈的贫燃火焰。

所用原子吸收分光光度计，均应达到下列指标。

3.1 精密度的最低要求：用最高浓度的校准溶液，测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液)，测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

3.2 特征浓度:在与最终测量样品溶液的基体相一致的溶液中,镍的特征浓度应小于 $0.10\mu\text{g/ml}$ (波长 232.0nm)。

3.3 检出限:在与最终测量样品溶液的基体相一致的溶液中,镍的检出限应小于 $0.15\mu\text{g/ml}$ (波长 232.0nm)。

3.4 校准曲线的线性,校准曲线上部 20% 浓度范围内的斜率(表示为吸光度的变化量)与下部 20% 浓度范围内斜率之比值,应不小于 0.7。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 1.0000g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于 400ml 烧杯中,加入 15ml 硝酸-高氯酸混合酸(2.3),盖上表皿,低温加热溶解,蒸发至冒高氯酸白烟,并保持 1min ,冷却,加 15ml 水,微热至盐类溶解,冷却至室温,移入 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。试液中如有石墨、硅酸、钨酸等沉淀物析出,须干过滤。

注:① 对于不易溶解于硝酸-高氯酸混合酸(2.3)的试样,可先用盐酸-硝酸混合酸(2.2)溶解,然后加入 12ml 高氯酸(2.1),蒸发至冒烟,并保持 1min ,以下按(4.3.1)中相应步骤进行。

② 若试样溶液中含镍量超过 1.0% ,则要进行稀释;移取 20ml 试样溶液(4.3.1),置于 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。并同样稀释空白溶液。

4.3.2 将试样溶液在原子吸收分光光度计上,于波长 232.0nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。将试样溶液的吸光度和随同试样空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出镍的浓度 $\mu\text{g/ml}$ 。

4.4 校准曲线的绘制

4.4.1 镍含量小于 0.10%

于 8 个 100ml 容量瓶中,各加入 25ml 纯铁溶液(2.4),然后分别加入 $0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00\text{ml}$ 镍标准溶液(2.5.2),用水稀释至刻度,混匀。

4.4.2 镍含量 $0.10\% \sim 0.50\%$

于 7 个 100ml 容量瓶中,各加入 5ml 纯铁溶液(2.4),然后分别加入 $0.00, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00\text{ml}$ 镍标准溶液(2.5.1),用水稀释至刻度,混匀。

4.4.3 将溶液(4.4.1)或(4.4.2)在原子吸收分光光度计上,于波长 232.0nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。

校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度,为镍校准曲线系列溶液的净吸光度,以镍浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算镍的百分含量:

$$N_i(\%) = \frac{(c_2 - c_1)fV}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中: c_2 ——自校准曲线上查得的试样溶液中镍的浓度, $\mu\text{g/ml}$;

c_1 ——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中镍的浓度, $\mu\text{g/ml}$;

f ——稀释倍数,当试样含镍量小于或等于 0.10% 时, $f=1$; 当试样含镍量大于 0.10% 时, $f=5$;

V ——被测试样溶液的体积, ml ;

m_0 ——试样量, g 。

6 精密度

精密度表

水平, % (m/m)	重 复 性 r	再 现 性 R
0.005~0.50	$\lg r = -1.5732 + 0.6021 \lg m$	$\lg R = -1.1569 + 0.6799 \lg m$

重复性是用本方法在正常和正确操作情况下,由同一操作人员,在同一实验室内,使用同一仪器,并在短期内,对相同试样所作两个单次测试结果,在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

再现性是用本方法在正常和正确操作情况下,由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样各作单次测试结果,在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

如果两个独立测试结果之间差值超过了相应的重复性和再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人谢荣厚、邢如岗。

本标准水平等级标记 GB 223.54—87 I