

ICS 77.040.30
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 8647.1—2006
代替 GB/T 8647.1—1988

GB/T 8647.1—2006

镍化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法

The methods for chemical analysis of nickel—
Determination of iron content—
Sulfosalicylic acid spectrophotometric method

中华人民共和国
国家标准
镍化学分析方法
铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
GB/T 8647.1—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.bzcs.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

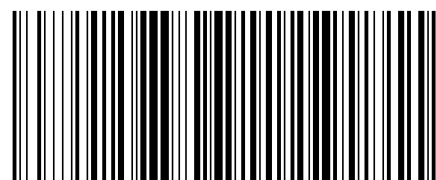
*

书号: 155066·1-28835 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 8647.1—2006

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

表 1 试料量及分取试液体积

铁的质量分数/%	试料/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 8~0.002	2.000	—	全量
>0.002~0.01	1.000	—	全量
>0.01~0.05	1.000	100	20.00
>0.05~0.3	0.500	200	15.00
>0.3~0.7	0.500	200	5.00

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.2)置于 250 mL 烧杯中,缓慢加入 15 mL 硝酸(3.4),盖上表皿,低温加热使试料完全溶解,并蒸发至稠浆状,加入 20 mL 水,微热使盐类溶解。

5.4.2 将溶液移入 125 mL 分液漏斗中(体积约为 20 mL),用 30 mL 盐酸(3.1)分数次洗涤烧杯,洗液合并于分液漏斗中。对铁量大于 0.01% 的试样,按表 1 稀释至相应体积,并分取适量试液置于 125 mL 分液漏斗中,加水至体积为 20 mL,加入 30 mL 盐酸(3.1)。

5.4.3 向分液漏斗中加入 15 mL 混合萃取剂(3.10),振荡 30 s,静置分层后,将水相放入另一分液漏斗中,水相再加 15 mL 混合萃取剂(3.10)重复萃取一次,弃去水相,合并有机相。加入 15 mL 盐酸(3.2)振荡洗涤 15 s,静置分层后,弃去水相,重复洗涤一次。

5.4.4 向有机相中加入 20 mL 水,振荡 30 s,静置分层后,水相放入 50 mL 容量瓶中,再向有机相中加入 15 mL 水,振荡 30 s,静置分层后,水相合并于容量瓶中。

5.4.5 向容量瓶中加入 5 mL 磺基水杨酸溶液(3.7),用氨水(3.6)中和至溶液呈黄色并过量 2 mL,以水定容。在流水中冷却至溶液清亮。将部分溶液移入 3 cm 比色皿中。

5.4.6 以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

5.5 工作曲线

移取 0 mL、0.50 mL、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL、6.00 mL 铁标准溶液(3.12),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按 5.4.5 进行。以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算铁的质量分数 $w(\text{Fe})$,数值以%表示:

$$w(\text{Fe}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——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。

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、锑、铋、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、锑、铋、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁量的测定 发射光谱法》。

本部分为第 1 部分。

本部分代替 GB/T 8647.1—1988《镍化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量》。与 GB/T 8647.1—1988 相比,本部分有如下变动:

——对文本格式进行了修订;

——补充了质量保证和控制条款,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、李培、邓阳修、刘春华、周小兰。

本部分主要验证人:刘海东、喻生洁、文占杰、高泽祥。

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 8647.1—1988。