

ICS 77.040.30
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 8647.10—2006
代替 GB/T 5123—1985

GB/T 8647.10—2006

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

The methods for chemical analysis of nickel—
Determination of arsenic, cadmium, lead, zinc, antimony, bismuth, tin,
cobalt, copper, manganese, magnesium, silicon, aluminium, iron contents
—Atomic emission spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
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
GB/T 8647.10—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.spc.net.cn
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 1 字数 23 千字
2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

*
书号: 155066·1-28844 定价 12.00 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 8647.10—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

附录 C (资料性附录)

直读光谱法测定镍中砷、镉、铅、锌、铈、铋、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁量

C.1 方法提要

试样用硝酸溶解,蒸发至干,灼烧成氧化物。将氧化物与碳酸钡按照质量比 4:1 混合,研磨均匀,直流电弧阳极激发,测量各待测元素分析线与内标线的强度比,自工作曲线求得相应元素的含量。

C.2 试剂和材料

C.2.1 石墨电极(直径 6 mm):光谱纯,上电极车制成顶端直径为 2 mm~4 mm 的截锥型,试样电极车制成内径 4 mm,深 4 mm 的杯型。

C.2.2 碳酸钡:光谱纯。

C.2.3 镍光谱分析标准样品。

C.3 仪器和设备

ATOMCOMP 2000 型直读光谱仪。

——检测器类型:CID38 型高效固态电荷注入式摄像系统;

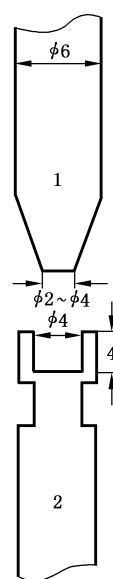
——波长范围:195 nm~820 nm。

C.4 分析步骤

C.4.1 称取两份试样(每份约 5 g),按 5.2.1 进行。

C.4.2 分别称取 2.000 g 氧化物粉末(C.4.1)与 0.500 g 碳酸钡(C.2.2)混合,在玛瑙研钵中磨匀后压入试样电极(C.2.1)小孔中,电极形状、尺寸及分析曝光时的位置见图 C.1。

单位为毫米



1——上电极;
2——试样电极。

图 C.1 电极及曝光示意图

C.4.3 以试样电极作为阳极,按仪器分析条件表 C.1 及选定分析线对表 C.2(内标选用镍基体线)进

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、铈、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、铈、铋、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁量的测定 发射光谱法》。

本部分为第 10 部分。

本部分代替 GB/T 5123—1985《镍的光谱分析方法》。与 GB/T 5123—1985 相比,本部分主要有如下变动:

——将 GB/T 5123—1985 中所规定的利用摄谱仪进行测定的方法,修改为只要检测设备具有电弧发生装置,并满足分析要求,利用适当的条件,做出合适的工作曲线均可进行分析,不对分析所采用的光谱仪加以限定;

——将 GB/T 5123—1985 中所规定的各杂质元素测定范围改为:对于测定工作曲线满足本部分要求的,各杂质元素的分析下限为所使用标准样品最低含量的 90%,分析上限为所使用标准样品最高含量的 110%;对于工作曲线局部满足要求的,选取工作曲线中满足要求的部分确定各杂质元素的测定范围;

——将零号镍光谱标准样品 BYG08-01 杂质元素含量及电真空镍光谱标准样品 BYG08-01 杂质元素含量作为本部分的资料性附录 A;

——对 GB/T 5123—1985 进行文字性修订,作为本部分的资料性附录 B;

——增加镍的直读光谱分析方法,作为本部分的资料性附录 C。

本部分不作为仲裁分析使用。

本部分的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

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。

本部分由兰州金川金属材料技术有限公司、中国物流与采购联合会稀贵金属质检中心参加起草。

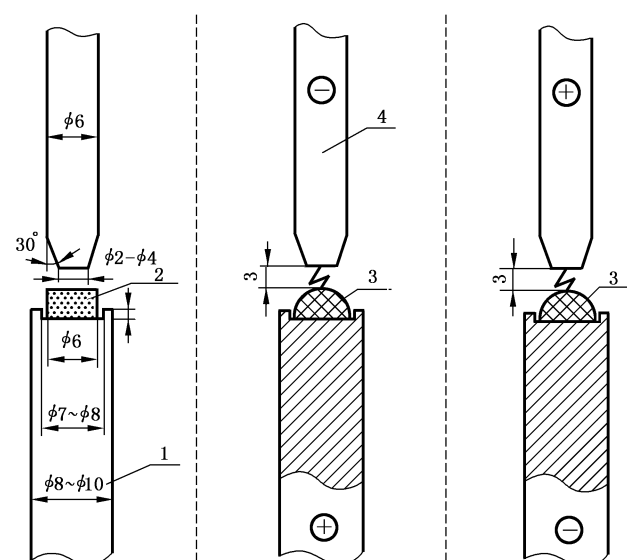
本部分主要起草人:刘海东、喻生洁、文占杰、史光源、林秀英。

本部分主要验证人:朱国忠、庞燕、陈洪泽。

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 5123—1985。



- 1——试样电极；
2——样丸；
3——熔珠；
4——对电极。

图 B.1 电极及曝光示意图

表 B.1 第一阶段摄谱条件

分析元素	放电形式	摄谱仪条件	电学参数	曝光时间	感光板
锌、镉、铋、铅、锡、锑、砷	直流电弧 阳极激发	缝宽 0.010 mm~0.012 mm, 三透镜照明系统,三阶梯光谱 减光器中间遮光板 5 mm,电 极距 3 mm	电压 230 V 电流 6 A~8 A	40 s~50 s	紫外 II 型(或紫 外 I 型)

表 B.2 第二阶段摄谱条件

分析元素	放电形式	摄谱仪条件	电学参数	曝光时间	感光板
铁、铜、钴、硅、镁、锰、铝	直流电弧 阴极激发	缝宽 0.010 mm~0.012 mm, 三透镜照明系统,三阶梯光谱 减光器中间遮光板 5 mm,电 极距 3 mm	电压 230 V 电流 7 A	预燃 10 s 曝光 40 s	紫外 I 型

注 1: 试样及标样(标样不得少于三点)在同一块感光板上摄谱,每一点及每一试样平行摄谱三次。

注 2: 摄谱时,待电弧的阳极斑点(或阴极斑点)由电极转移到熔珠上,再记录曝光时间。

注 3: 当采用的摄谱条件不同于表 B.1、表 B.2 所列条时,例如,用其他类型透镜照明缝,采用不同电流强度,用其他灵敏度的感光板等,应预先选择条件,以达到最佳黑度范围之目的,在很小的含量范围内进行测定,摄谱时不可不用阶梯光谱减光器。

注 4: 为降低某些杂质元素的检测限(其中包括分析低含量的镉、锑及砷),可通过两个样丸在谱片上同一位置辐射的迭加得至每一个光谱图,此时,总曝光时间不应大于 60 s。

B.4.8 光谱感光板的处理:按光谱感光板说明书进行。

B.4.9 用测微光度计测量选择的分析线及内标线的换值黑度分析线对见表 B.3(内标选用镍基体线):

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

1 范围

本部分规定了镍中砷、镉、铅、锌、锑、铋、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁等杂质元素含量的发射光谱测定方法。

本部分适用于镍中砷、镉、铅、锌、锑、铋、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁等杂质元素含量的测定。

本部分对于镍中上述杂质元素含量的测定范围规定如下:对于测定工作曲线满足本部分要求的,各杂质元素的分析下限为所使用标准样品最低含量的 90%,分析上限为所使用标准样品最高含量的 110%;对于工作曲线局部满足要求的,选取工作曲线中满足要求的部分确定各杂质元素的分析范围。

本部分规定了评价以电弧型发射光谱仪得到分析值的客观标准。由于现有的光谱仪类型广泛,完全规定所有条件存在困难,因此,本部分不用来规定仪器的型号或将仪器的响应换算为浓度单位的程序。

2 方法提要

试样用硝酸溶解,蒸发至干,灼烧成氧化物,研成粉末,采用适宜的方法,利用发射光谱仪电弧激发进行试样分析并根据工作曲线计算各杂质元素含量。

3 试剂和材料

本方法所使用的水均为二级水或相当纯度的实验室用水。

3.1 镍光谱标准样品:必须为经过法定机构认可的标准样品或双方认可的标准样品(金属状标准样品应按 5.2.1 预先处理成氧化物),可参考附录 A 提供的部分镍光谱标准样品。

3.2 石墨电极(光谱纯)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.4 硝酸(3+2)。

3.5 硝酸(1+9)。

4 仪器和设备

4.1 发射光谱仪(电弧型)只要具有有效的、能满足本部分要求的精确度均可使用。可以是附有相关设备的摄谱仪,也可以是具有任何检测器的直读光谱仪。

4.2 箱式电阻炉。

4.3 玛瑙研钵。