

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.3—2010
代替 YS/T 74.3—1994

镉化学分析方法 第3部分：镍量的测定 电热原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of cadmium—
Part 3: Determination of nickel content—
Electrothermal atomic absorption spectrometric method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
镉化学分析方法
第 3 部分:镍量的测定
电热原子吸收光谱法
YS/T 74.3—2010

*

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 0.5 字数 9 千字
2011 年 1 月第一版 2011 年 1 月第一次印刷

*

书号: 155066·2-21439 定价 14.00 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

前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法；
- 第 6 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：铊量的测定 结晶紫分光光度法；
- 第 9 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 10 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：砷、锑、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 74.3—1994《镉化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量》，本部分与原标准相比，主要有如下变动：

- 分析方法改为电热原子吸收光谱法；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款；
- 增加了警告性提示；
- 增加了试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：叶世源、周益、姜求韬、袁玉霞、戴凤英、刘晓辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 74.3—1994；
- GB/T 3827—1983。

镉化学分析方法

第3部分：镍量的测定

电热原子吸收光谱法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验，并具备使用电热原子吸收光谱仪的技能，严格按照电热原子吸收光谱仪安全操作规程操作。

1 范围

YS/T 74 的本部分规定了镉中镍量的测定方法。

本部分适用于镉中镍量的测定。测定范围：0.000 4%~0.010%。

2 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在波长 232.0 nm 处测量镍的吸光度，按工作曲线法计算镍的质量分数。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。实验所用器皿均用硝酸(3.3)浸泡 12 h 后，用蒸馏水彻底清洗。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硝酸(1+99)。

3.4 镍标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属镍($w_{Ni} \geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸(3.2)盖上表皿，低温加热使其溶解，除去氮的氧化物，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用硝酸(2+98)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镍。

3.5 镍标准溶液：移取 1.00 mL 镍标准贮存溶液(3.4)于 500 mL 容量瓶中，用硝酸(2+98)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2.0 μ g 镍。

4 仪器

4.1 石墨炉原子吸收光谱仪：配备电热原子化器、微量取样器或自动进样器，镍空心阴极灯及塞曼效应背景校正装置。

4.2 所用石墨炉原子吸收光谱仪应达到下列指标：

——灵敏度：工作曲线中所用等差系列标准溶液中浓度最大者，其吸光度应不低于 0.300。

——工作曲线的相关系数不低于 0.995。

——精密度：用最高浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算其平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.5%。用最低浓度的标准溶液(不是浓度为零的标准溶液)，测量 10 次吸光度，计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准溶液吸光度平均值的 0.5%。

仪器参考工作条件见附录 A。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 分取及测定试液体积

镍的质量分数/%	分取试液体积/mL	测定试液体积/mL
0.000 4~0.002 0	全量	200
>0.002 0~0.010	20	100

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 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.2)盖上表皿,低温溶解完全,取下冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 镍量>0.002 0%,取 20.00 mL 试液(5.3.1)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.3.3 调整仪器参数至最佳状态,并按所选的条件调整电热原子仪工作程序,空烧石墨管两次。

5.3.4 将被测试液注入原子化器中,按原子化程序原子化,于波长 232.0 nm 处测定镍的吸光度,每份试液测定两次,取其平均值,减去空白溶液吸光度的平均值,在工作曲线上查出相应的镍的浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镍标准溶液(3.5)置于一组 100 mL 容量瓶中,用硝酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与试料相同条件下,测定标准溶液的吸光度,每份试液测定两次,取其平均值,减去标准系列“零”浓度溶液的吸光度的平均值。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

镍含量以镍的质量分数 w_{Ni} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{Ni} = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_1 \times 10^{-6}}{V_2 \cdot m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得的试液镍浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——测定试液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果保留两位有效数字。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按以下表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 重复性限

$w_{Ni}/\%$	0.000 45	0.000 92	0.002 5	0.005 4	0.009 7
$r/\%$	0.000 07	0.000 08	0.000 4	0.000 5	0.000 7

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 再现性限

$w_{Ni}/\%$	0.000 45	0.000 92	0.002 5	0.005 4	0.009 7
$R/\%$	0.000 08	0.000 09	0.000 5	0.000 6	0.000 9

8 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

9 试验报告

- 试样;
- 使用的标准;
- 使用的方法;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
仪器参考工作条件

表 A.1 仪器参考工作条件

元素	镍	原子化程序				
波长/nm	232.0	阶段	步骤	温度/℃	斜坡/s	保持/s
狭缝	0.7 L	干燥	1	110	5	15
灯电流/mA	15 mA		2	130	5	15
石墨管	P-E 型	灰化	3	1 400	10	20
进样量	20 μ L	原子化	4	2 200	0	5
扣背景类型	塞曼扣背景	清除	5	2 500	3	5
		冷却	6	30	8	3



YS/T 74.3—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-21439

定价: 14.00 元