

ICS 77.040.30
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 8647.5—2006
代替 GB/T 8647.5—1988

镍化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

The methods for chemical analysis of nickel
—Determination of magnesium content
—Flame atomic absorption spectrometric method

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

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 碘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 镍、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 5 部分。

本部分代替 GB/T 8647.5—1988《镍化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定镁量》。与 GB/T 8647.5—1988 相比，本部分主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修订，补充了质量保证和控制条款；
- 测量波长由 285.3 nm 改为 285.2 nm；
- 对仪器的要求，最低灵敏度改为特征浓度；最低稳定性改为精密度；
- 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。

本部分由金川集团有限公司、北京矿冶研究总院起草。

本部分主要起草人：刘海东、李华昌、辛汉忌、孙龄高。

本部分主要验证人：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 8647.5—1988。

镍化学分析方法

镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了镍中镁含量的测定方法。

本部分适用于镍中镁含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.002%。

2 方法提要

试料用硝酸分解,在稀硝酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长285.2 nm处,测量镁的吸光度。

3 试剂

制备溶液及分析用水均为二级水或相当纯度的实验室用水。

3.1 金属镍 [$w(Mg) < 0.000 1\%$]。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$),优级纯。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+19)。

注:全部实验过程应用同一批硝酸。

3.5 镁标准贮存溶液:称取0.165 8 g经900℃灼烧0.5 h的高纯氧化镁,置于250 mL烧杯中,缓慢加入20 mL硝酸(3.3),盖上表皿,完全溶解,微沸驱除氮的氧化物,取下,用水洗涤表皿及杯壁,冷至室温。移入1 000 mL容量瓶中,以水定容。此溶液1 mL含100 μg 镁。

3.6 镁标准溶液:移取25.00 mL镁标准贮存溶液(3.5),置于500 mL容量瓶中。以水定容。此溶液1 mL含5 μg 镁。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量试料溶液基体相一致的溶液中,镁的特征浓度应不大于0.005 $\mu\text{g/mL}$ 。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于0.85。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的1.50%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量10次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

推荐仪器工作条件:

波长:285.2 nm;

灯电流:4 mA;

单色器通带:0.7 nm;

燃烧器高度:8 mm。