



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.15—2009

铅及铅合金化学分析方法 第 15 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 15: Determination of nickel content—
Flame atomic absorption spectrophotometry

2009-04-08 发布

2010-02-01 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 4103《铅及铅合金化学分析方法》分为 16 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定；
- 第 2 部分：铈量的测定；
- 第 3 部分：铜量的测定；
- 第 4 部分：铁量的测定；
- 第 5 部分：铋量的测定；
- 第 6 部分：砷量的测定；
- 第 7 部分：硒量的测定；
- 第 8 部分：碲量的测定；
- 第 9 部分：钙量的测定；
- 第 10 部分：银量的测定；
- 第 11 部分：锌量的测定；
- 第 12 部分：铊量的测定；
- 第 13 部分：铝量的测定；
- 第 14 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：铜、银、铋、砷、铈、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为第 15 部分。

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。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：河南豫光金铅股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、柳州华锡集团有限责任公司金海冶金化工分公司。

本部分主要起草人：雷素函、向德磊、刘新玲、蔡军、刘春峰、于力、孔建敏、张泽儒、涂小红、陆超。

铅及铅合金化学分析方法

第 15 部分：镍量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅中镍量的测定。

本部分适用于铅中镍量的测定。测定范围：0.000 1%~0.01%。

2 方法原理

试料用硝酸溶解，以硫酸铅沉淀分离铅，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处测量镍的吸光度，以标准曲线法计算镍量。

3 试剂

除另有说明，本试验用于制备溶液和分析用水均为一级水，实验所用器皿均用稀硝酸(1+4)浸泡后，用一级水彻底清洗。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)，优级纯。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+3)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 镍标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属镍(镍的质量分数 \geq 99.95%)于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.3)，盖上表皿，低温加热至完全溶解，煮沸，驱除氮的氧化物，取下冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 镍。

3.7 镍标准溶液：移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(3.6)于 500 mL 容量瓶中，加入 20 mL 硝酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镍。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附镍空心阴极灯。

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：在与测量样品溶液基体相一致的溶液中，镍的特征浓度应不大于 0.05 μ g/mL；

——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 1.0%；
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%；

——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 0.8；

——仪器参考工作条件见表 1。