



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8647.7—2006  
代替 GB/T 8647.7—1988

## 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

**The methods for chemical analysis of nickel  
—Determination of arsenic, antimony, bismuth, tin and lead contents  
—Electrothermal atomic absorption spectrometric method**

(ISO 7523:1985, Determination of silver, arsenic, bismuth, cadmium,  
lead, antimony, selenium, tin, tellurium and thallium contents  
—Electrothermal atomic absorption spectrometric method, NEQ)

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 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 7 部分。

本部分与 ISO 7523—1985《金属镍 银、砷、铋、镉、铅、锑、硒、锡、碲和铊量的测定——电热原子吸收分光光度法》的一致性程度为非等效。

本部分代替 GB/T 8647.7—1988《镍化学分析方法 电热原子吸收分光光度法测定砷、锑、铋、锡、铅量》。与 GB/T 8647.7—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；

——砷、锑、铋、锡测定范围由 0.000 2%~0.001 5%调整为 0.000 2%~0.003 0%。

——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、于力、高介平、于振祥、朱儒林。

本部分主要验证人：刘海东、喻生洁、高泽祥、文占杰。

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 8647.7—1988。

# 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

#### 1 范围

本部分规定了镍中砷、锑、铋、锡、铅含量的测定方法。

本部分适用于镍中砷、锑、铋、锡和铅含量的测定。测定范围 0.000 2%~0.003 0%。

#### 2 方法提要

试料用硝酸分解。将一定体积的溶液引入电热原子化器中,用原子吸收光谱仪,在各元素的特征波长处,分别测量各个元素的吸光度。

#### 3 试剂

制备溶液和分析用水均为二级水或相当纯度的实验室用水。实验所用器皿均用硝酸(3.2.2)充分浸泡后用水彻底清洗。

3.1 高纯金属镍[ $w(\text{Fe}) \leq 0.000 5\%$ ,  $w(\text{X}) \leq 0.000 1\%$ (X 分别为砷、锑、铋、锡、铅)]。

3.2 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ ),高纯。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+19)。

3.5 氢氟酸( $\rho 1.13 \text{ g/mL}$ )。

3.6 铅标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 金属铅[ $w(\text{Pb}) \geq 99.95\%$ ]置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,于电热板上低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物。取下,冷至室温,移入盛有 20 mL 硝酸(3.3)的 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.7 铋标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 金属铋[ $w(\text{Bi}) \geq 99.95\%$ ]置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,于电热板上低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物。取下,冷至室温,移入盛有 20 mL 硝酸(3.3)的 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.8 砷标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 单体砷[ $w(\text{As}) \geq 99.95\%$ ]置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,于电热板上低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物。取下,冷至室温,移入盛有 20 mL 硝酸(3.3)的 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

注:如单体砷表面被氧化,可用 40 g/L 氢氧化钠溶液浸泡至出现金属光泽后取出,用蒸馏水清洗后再用无水乙醇去除水分,用滤纸吸干后称重。

3.9 锑标准贮存溶液:准确称取 0.274 0 g 酒石酸锑钾[ $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ]于 150 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 锑。

注:该溶液久置会形成霉菌,应新鲜配制。较稀的酸性溶液稳定。

3.10 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡[ $w(\text{Sn}) \geq 99.95\%$ ]置于 100 mL 塑料烧杯中,加入 1 mL 硝酸(3.2)、1 mL 氢氟酸(3.5),溶解后移入 100 mL 容量瓶中,以水定容,立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

3.11 铅、铋、砷、锑、锡混合标准溶液

3.11.1 分别移取 10.00 mL 标准贮存溶液(3.6、3.7、3.8、3.9、3.10)于盛有 100 mL 硝酸(3.3)的