



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：锑量的测定；
- 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、锑、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。

表 1 仪器工作条件

波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	燃烧器高度/mm	空气流量/(L/min)	乙炔流量/(L/min)
232.0	2	0.1	5	8.0	2.5

5 分析步骤

5.1 试料

按表 2 称取试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验,按表 2 在空白试验溶液中加入硫酸(3.5)。

表 2 试料量及试剂加入量

镍的质量分数/%	试料量 <i>m</i> /g	硝酸(3.4)加入量/mL	硫酸(3.5)加入量/mL	空白试验中硫酸(3.5)加入量/mL
0.000 1~0.001	10.000	40	6.0	1.0
>0.001~0.002	5.000	30	3.5	1.0
>0.002~0.005	2.000	25	2.0	1.0
>0.005~0.010	1.000	20	1.5	1.0

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(3.4),盖上表皿,低温加热溶解,蒸至盐类析出。稍冷,用水吹洗表皿及杯壁,微热溶解盐类,冷却。移入预先盛有按表 1 加入硫酸(3.5)的 50 mL 容量瓶中,定容,混匀,静置 30 min。

5.3.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处,以水调零,与测量系列标准溶液的同时,测量试液吸光度,减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镍浓度(ρ)。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液(3.7)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与试料测定相同条件下,测量系列标准溶液吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液吸光度,以镍浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算镍的质量分数 $w(\text{Ni})$,数值以%表示:

$$w(\text{Ni}) = \frac{K \cdot \rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

K——50 mL 容量瓶中硫酸铅沉淀对溶液体积的校正系数(10.000 g 试样时为 0.952;5.000 g 试样时为 0.974;2.000 g 试样时为 0.990;1.000 g 试样时为 0.995);

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

V——试液定容体积,单位为毫升(mL);

m——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果小于 0.001 0%应保留一位有效数字,大于等于 0.001 0%应保留两位有效数字。

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)按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 重复性限

镍的质量分数/%	0.000 2	0.000 4	0.002 1	0.005 0	0.010
r /%	0.000 1	0.000 2	0.000 4	0.000 8	0.001 5
注:重复性(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。					

7.2 再现性

在再现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 4 数据采用线性内插法求得:

表 4 再现性限

镍的质量分数/%	0.000 2	0.000 4	0.002 1	0.005 0	0.010
R /%	0.000 1	0.000 2	0.000 6	0.001 0	0.002 0
注:再现性(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。					

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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
GB/T 4103.15—2009

*

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 8 千字
2009 年 6 月第一版 2009 年 6 月第一次印刷

*

书号：155066·1-37504 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



GB/T 4103.15-2009

打印日期：2009年10月19日