

ICS 77.120.60
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.15—2009

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

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

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

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($\mu\text{g}/\text{mL}$);

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。

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。