



中华人民共和国国家标准

GB/T 23274.4—2009

二氧化锡化学分析方法 第4部分：铅、铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of stannic oxide—
Part 4: Determination of lead and copper content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2009-01-05 发布

2009-11-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
二氧化锡化学分析方法
第 4 部分：铅、铜量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 23274.4—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：155066·1-37107

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

前 言

GB/T 23274—2009《二氧化锡化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：二氧化锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铅、铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：硫酸盐的测定 目视比浊法；
- 第 7 部分：盐酸可溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：灼烧失重的测定 重量法。

本部分为第 4 部分。

本部分附录 A 为资料性附录。

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。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由柳州华锡集团有限责任公司、红河州出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人：丁锡波、徐登琼、姜铄玻、达刘生、林文霜、江寨伸、李路秀、张静。

二氧化锡化学分析方法

第4部分：铅、铜量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 23274 的本部分规定了二氧化锡中铅、铜含量的测定方法。

本部分适用于二氧化锡中铅、铜含量的测定，测定范围为铅 0.005 0%~0.060%，铜 0.000 50%~0.020%。

2 方法提要

试料以王水分解，在 10% 的王水介质中，于火焰原子吸收光谱仪，用空气-乙炔火焰测定。

3 试剂

试验用水为三级蒸馏水。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 王水。

3.4 铅标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属铅(铅的质量分数 \geq 99.999%)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(1+2)，微热溶解，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 500 μ g 铅。

3.5 铅标准溶液：移取 20.0 mL 铅标准贮存溶液(3.4)于 200 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 铅。

3.6 铜标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属铜(铜的质量分数 \geq 99.999%)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(1+1)，微热溶解，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 500 μ g 铜。

3.7 铜标准溶液：移取 20.0 mL 铜标准贮存溶液(3.6)于 1 000 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铜。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附铅、铜空心阴极灯。

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：在与测量溶液的基体一致的溶液中，铅的特征浓度应不大于 0.12 μ g/mL，铜的特征浓度应不大于 0.03 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%；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：将标准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 0.7。