



www.chinatungsten.com


WWW.CTOMS.COM

SN



中华人民共和国进出口商品检验行业标准


SN/T 0562—1996



www.chinatungsten.com


出口氧化钼粉中铅、铜含量 原子吸收测定方法

Determination of lead and copper contents in
molybdenum oxide powder for export—Flame
atomic absorption spectrometric method




www.chinatungsten.com

1996-09-25 发布




www.chinatungsten.com

1997-01-01 实施



www.chinatungsten.com

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布



www.chinatungsten.com

SN/T 0562—1996

前 言

本标准是根据我国实施的标准化工作导则 GB/T 1.1—1993 的要求起草的。本标准采用原子吸收光谱法是对 GB 3285—85《氧化钨块化学分析方法》测定铅、铜含量标准的补充,达到快速、准确的目的,适应了外贸发展的需要。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国河北进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人:郭秀一、范素珍、张建华、李宝杰。

出口氧化钼粉中铅、铜含量 原子吸收测定方法

SN/T 0562—1996

Determination of lead and copper contents in
molybdenum oxide powder for export—Flame
atomic absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了出口氧化钼粉中铅、铜含量的测定方法。

本标准适用于出口氧化钼粉中铅、铜含量的测定。测定范围：铅：0.01%~0.5%；铜：0.01%~0.5%。

2 引用标准

- GB 2007—88 散装矿产品取样、制样通则
GB 3285—82 氧化钼块化学分析

3 方法原理

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解，用空气-乙炔火焰，分别在原子吸收分光光度计波长 283.2 nm、324.8 nm 处测量铅、铜的吸光度，标准加入法计算铅、铜含量。

4 试剂

- 4.1 硝酸，分析纯(ρ 1.42 g/mL)。
4.2 盐酸，分析纯(ρ 1.19 g/mL)。
4.3 盐酸-硝酸混合酸(盐酸+硝酸=3+1)。
4.4 硝酸(1+1)，优级纯。
4.5 硝酸(1+99)，优级纯。
4.6 铅标准贮存溶液：将高纯铅(99.99%)1.000 0 g 溶于 10 mL 硝酸(4.4)中，煮沸驱除氮的氧化物，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用硝酸(4.5)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 铅。
4.6.1 铅标准溶液：移取铅标准贮存溶液 10.00 mL(4.6)于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.5)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铅。
4.7 铜标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 高纯铜(99.99%)，加入 50 mL 硝酸(4.4)，加热至完全溶解，加水煮沸，驱除氮的氧化物，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 1 000 μ g 铜。
4.7.1 铜标准溶液：移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(4.7)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。

5 仪器

原子吸收分光光度计,附铅空心阴极灯和铜空心阴极灯。

灵敏度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 $0.2 \mu\text{g/mL}$,铜的特征浓度应不大于 $0.09 \mu\text{g/mL}$ 。

精密性: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 0.7。

6 取样与制样

按照 GB 2007—87 进行。

7 测定步骤

7.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

7.2 试料

7.2.1 试料需通过 200 目筛网。

7.2.2 试料需在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 下烘干。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 称取 0.5000 g 试料(7.2),置于 100 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 水, $10 \sim 15 \text{ mL}$ 盐酸-硝酸混合溶液(4.3),在电热板上低温加热至溶解,煮沸 $2 \sim 3 \text{ min}$,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 移取 4 份 10.00 mL 上述溶液(7.4.1),置于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 $0, 0.50, 1.50, 2.50 \text{ mL}$ 铅标准溶液(4.6.1)和 $0, 0.50, 1.50, 2.50 \text{ mL}$ 铜标准溶液(4.7.1),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm 处,以水调零,测量试液(7.4.2)的吸光度,以铅浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准加入曲线。

7.4.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计波长 324.8 nm 处,以水调零,测量试液(7.4.2)的吸光度。以铜浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准加入曲线。

7.4.5 分别从标准加入曲线上求出被测溶液的铅浓度和铜浓度。

8 分析结果的计算与表述

按下式计算氧化钨粉中铅、铜的百分含量:

$$\text{Pb(Cu)}(\%) = \frac{(C_1 - C_0) \cdot V \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: C_1 ——从标准加入曲线上求得的被测试液的铅(铜)浓度, $\mu\text{g/mL}$;

C_0 ——试料空白溶液的铅(铜)浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液的总体积, mL ;

V_1 ——移取试液的体积, mL ;

V_2 ——被测试液的体积, mL ;

m ——试料的质量, g。

9 精密度

元素	水平范围	重现性 r	再现性 R
铅	0.1%以下	0.005	0.01
	0.1%以上	0.007	0.015
铜	0.1%以下	0.005	0.01
	0.1%以上	0.007	0.015



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年12月第一版 1996年12月第一次印刷 书号:155066·2-11248

