



中华人民共和国国家标准

GB/T 23278.4—2009

锡酸钠化学分析方法 第4部分：铅量的测定 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of sodium stannate—
Part 4: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometry

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

前 言

GB/T 23278《锡酸钠化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：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 砷铈钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铅量的测定 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：游离碱的测定 中和滴定法；
- 第 7 部分：碱不溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：硝酸盐含量的测定 离子选择电极法。

本部分为第 4 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公司、云南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、林文霜、江寨伸、张静、叶素娟。

锡酸钠化学分析方法

第4部分：铅量的测定

原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 23278 的本部分规定了锡酸钠中铅含量的测定方法。

本部分适用于锡酸钠中铅含量的测定,测定范围为 0.001 0%~0.003 0%。

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波长 283.3 nm 处,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(质量分数 \geq 99.999%),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL(1+2)硝酸,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 20.00 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。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯、氘灯。

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;

——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。

5 试样

试样需密封包装。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 2.0 g 试样(m),精确至 0.000 1 g。