



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.4—2013
代替 GB/T 3260.4—2000

锡化学分析方法 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin—
Part 4: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2013-12-17 发布

2014-09-01 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
锡化学分析方法

第 4 部分：铅量的测定
火焰原子吸收光谱法

GB/T 3260.4—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.gb168.cn

服务热线：400-168-0010

010-68522006

2014 年 5 月第一版

*

书号：155066·1-48906

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 3260.4—2000《锡化学分析方法 铅量的测定》的修订。本标准与 GB/T 3260.4—2000 相比，主要有如下变动：

- 采用火焰原子吸收光谱法代替示波极谱法。
- 测定下限由 0.001 0% 降低至 0.000 80%；
- 对文本格式进行了修改；
- 增加了重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位：云南锡业集团有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：广西高峰矿业有限责任公司、昆明冶金研究院、深圳市格林美高新技术股份有限公司。

本部分主要起草人：白艳华、谭凤、刘春峰、范丽新、梁铭超、刘维理、李智专、霍锡晓、李蓉、龙岩、王劲榕、刘新华、杨赟金、苏晓梅、曾婷。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3260.4—1982；
- GB/T 3260.4—2000。

锡化学分析方法

第4部分：铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 3260 的本部分规定了锡中铅量的火焰原子吸收光谱测定方法。
本部分适用于锡中铅量的测定。测定范围为 0.000 80%~0.050 0%。

2 方法提要

试料经盐酸、硝酸溶解完全,在硫酸介质中,以盐酸-氢溴酸排除大量锡。在盐酸-硝酸混合酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处测量铅的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。
- 3.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。
- 3.4 氢溴酸(优级纯或用分析纯经蒸馏提纯)。
- 3.5 过氧化氢(30%)。
- 3.6 硫酸(1+1)。
- 3.7 硝酸(2+1)。
- 3.8 盐酸-氢溴酸混合酸:盐酸+氢溴酸(1+1)。
- 3.9 盐酸-硝酸混合酸:盐酸+硝酸(3+1),现用现配。
- 3.10 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铅($w_{\text{Pb}}\geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中,加 60 mL 硝酸(3.7),低温溶解完全,煮沸除去氮的氧化物,冷却,用水移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。
- 3.11 铅标准溶液:移取 20.00 mL 铅标准贮存溶液(3.10)于 1 000 mL 容量瓶中,加 60 mL 硝酸(3.7),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。

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相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.11 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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