



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0562—2013
代替 SN/T 0562—1996

氧化钼粉中铅、铜含量测定方法 原子吸收法

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

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 0562—1996《出口氧化钨粉中铅、铜含量 原子吸收 测定方法》。

本标准与 SN/T 0562—1996 相比,主要技术变化如下:

——本标准增加了试料空白溶液浓度的测定方法。

——本标准修改了标准名称。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:郭文雷、常芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——SN/T 0562—1996。

氧化钼粉中铅、铜含量测定方法

原子吸收法

1 范围

本标准规定了氧化钼粉中铅、铜含量的原子吸收光谱测定方法。

本标准适用于氧化钼粉中铅、铜含量的测定。测定范围为铅：0.01%~0.5%（质量分数）；铜：0.01%~0.5%（质量分数）。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 2007 散装矿产品取样、制样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 23768 无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法原理

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解，用空气-乙炔火焰，采用原子吸收分光光度计，分别在 283.2 nm、324.8 nm 波长处测量铅、铜的吸光度，标准加入法计算铅、铜的含量。试验原理详见 GB/T 23768。

4 试剂

除非另有说明，所用试剂均为分析纯或以上级别；所用水至少达到 GB/T 6682 规定的三级纯度蒸馏水或去离子水的要求。

4.1 硝酸： $\rho=1.42$ g/mL。

4.2 盐酸： $\rho=1.19$ g/mL。

4.3 盐酸-硝酸混合酸（3+1，V/V）。

4.4 硝酸（1+1，V/V）。

4.5 硝酸（1+99，V/V）。

4.6 铅标准储备溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ （按 GB/T 602 配制或直接使用有证标准物质）。

4.7 铅标准溶液：移取铅标准储备溶液 10.00 mL（4.6）于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（4.5）稀释至刻度，此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

4.8 铜标准储备溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ （按 GB/T 602 配制或直接使用有证标准物质）。

4.9 铜标准溶液：移取 10.00 mL 铜标准储备溶液（4.8）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铜。

5 仪器

5.1 分析天平(0.1 mg)。

5.2 原子吸收分光光度计,附铅空心阴极灯和铜空心阴极灯。在仪器最佳条件下,凡能达到下列标准者均可使用:

- a) 灵敏度:在与测量试料溶液的基本相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 $0.2\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。铜的特征浓度应不大于 $0.09\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。
- b) 精密度:用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度,其标准偏差不得超过平均吸光度的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%。
- c) 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成5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/T 2007 进行。试料需通过孔径 0.074 mm 的筛网。试料需在 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下烘干。

7 测定步骤

7.1 测定数量

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.1 mg 。做两份试料的平行测定,取其算术平均值。

7.2 测定

7.2.1 称取 0.5000 g 试料(6),置于 100 mL 锥型瓶中,先后加入水 20 mL ,盐酸-硝酸混合溶液(4.3) $10\text{ mL}\sim 15\text{ mL}$,在电热板上加热至溶解,煮沸 $2\text{ min}\sim 3\text{ min}$,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,作被测试液备用。

7.2.2 移取4份上述溶液(7.2.1)各 10 mL ,置于一组 50 mL 的容量瓶中,分别加入铅标准溶液(4.7) 0 mL 、 0.50 mL 、 1.50 mL 、 2.50 mL 和铜标准溶液(4.9) 0 mL 、 0.50 mL 、 1.50 mL 、 2.50 mL ,用水稀释至刻度,混匀。

7.2.3 铅的测定:使用空气-乙炔火焰,用铅空心阴极灯于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm 处,以水调零,测量试液(7.2.2)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。从标准加入曲线上求出被测溶液的铅的浓度。

7.2.4 铜的测定:使用空气-乙炔火焰,用铜空心阴极灯于原子吸收分光光度计波长 324.8 nm 处,以水调零,测量试液(7.2.2)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。从标准加入曲线上求出被测溶液的铜的浓度。

7.3 空白实验

7.3.1 在 100 mL 锥型瓶中,先后加入水 20 mL ,盐酸-硝酸混合溶液(4.3) $10\text{ mL}\sim 15\text{ mL}$,在电热板上加热至溶解,煮沸 $2\text{ min}\sim 3\text{ min}$,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,作被测试液备用。

7.3.2 移取4份上述溶液(7.3.1)各 10 mL ,置于一组 50 mL 的容量瓶中,分别加入铅标准溶液(4.7) 0 mL 、 0.50 mL 、 1.50 mL 、 2.50 mL 和铜标准溶液(4.9) 0 mL 、 0.50 mL 、 1.50 mL 、 2.50 mL ,用水稀释

至刻度,混匀。

7.3.3 铅的测定:使用空气-乙炔火焰,用铅空心阴极灯于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm 处,以水调零,测量试液(7.3.2)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。从标准加入曲线上求出空白溶液的铅的浓度。

7.3.4 铜的测定:使用空气-乙炔火焰,用铜空心阴极灯于原子吸收分光光度计波长 324.8 nm 处,以水调零,测量试液(7.3.2)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。从标准加入曲线上求出空白溶液的铜的浓度。

8 分析结果计算和表述

按式(1)计算氧化钨粉中铅、铜的质量分数:

$$\omega_{\text{Pb(Cu)}} = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times V_2 \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\omega_{\text{Pb(Cu)}}$ ——氧化钨粉中铅、铜的含量(质量分数), %;

c_1 ——从标准加入曲线上求得的被测溶液的铅(铜)的浓度,单位为毫克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——试料空白溶液的铅(铜)浓度,单位为毫克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——被测试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——移取试液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留小数点后两位。

9 精密度

精密度结果见表 1。

表 1 测定方法的精密度

%

所测项目	水平范围	重现性 r	再现性 R
铅	$\leq 0.1\%$	0.005	0.010
	$> 0.1\%$	0.007	0.015
铜	$\leq 0.1\%$	0.005	0.010
	$> 0.1\%$	0.007	0.015

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
氧化钨粉中铅、铜含量测定方法
原子吸收法

SN/T 0562—2013

*

中国标准出版社出版
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)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2013年8月第一版 2013年8月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25682 定价 14.00 元



SN/T 0562-2013