



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1031.6—2012
代替 SN/T 1031.6—2001

出口粗氧化锑化学分析方法 第6部分：铅、铁含量的测定

Chemical analysis of crude antimony trioxide for export—
Part 6: Determination of lead and iron contents

2012-05-07 发布

2012-11-16 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

出口粗氧化锑化学分析方法

第 6 部分：铅、铁含量的测定

SN/T 1031.6-2012

*

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 9 千字

2012 年 10 月第一版 2012 年 10 月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-23985 定价 14.00 元

前 言

SN/T 1031《出口粗氧化铈化学分析方法》共分为七个部分：

- 第1部分：汞含量的测定；
- 第2部分：总铈量的测定；
- 第3部分：三氧化二铈含量的测定；
- 第4部分：氟含量的测定；
- 第5部分：硒含量的测定；
- 第6部分：铅、铁含量的测定；
- 第7部分：砷含量的测定。

本部分为 SN/T 1031 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 1031.6—2001《出口粗氧化铈化学分析方法 铅、铁含量的测定》。

本部分与 SN/T 1031.6—2001 相比，主要技术变化如下：

- 增加前言部分的说明；
- 修改了第2章“规范性引用文件”；
- 修改了第5章中原子吸收分光光度计的说明；
- 将第6章拆分为“第6章 试样的制备”和“第7章 分析步骤”；
- 修改了“第7章 分析步骤”的内容：统一了称样量，增加对操作的描述和对样品溶液稀释的描述；
- 修改结果计算式。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：卢振国、阮勇防、罗宇梅、何颖贤、钟志光、李石伦、陈佩玲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1031.6—2001。

出口粗氧化锑化学分析方法

第6部分:铅、铁含量的测定

警告:使用 SN/T 1031 的本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者应负责采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

SN/T 1231 的本部分规定了火焰原子吸收分光光度法测定出口粗氧化锑中铅、铁含量的方法。

本部分适用于出口粗氧化锑中铅、铁含量的测定。测定范围:铅:0.005%~1%(质量分数),铁:0.002%~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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 21187—2007 原子吸收分光光度计

3 方法提要

试料用盐酸和硝酸溶解,蒸干,加氢溴酸挥发除去大部分锑后,在稀盐酸介质中,于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm、248.3 nm 处,分别测量铅、铁的吸光度,从相应的工作曲线上求得其浓度进而计算其含量。粗氧化锑中的其他杂质均不干扰测定。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 盐酸(ρ :1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ :1.42 g/mL)。

4.3 氢溴酸(ρ :1.48 g/mL)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 铅标准储存液(1 000 μ g/mL):称取 1.000 0 g 纯铅,置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.5),盖上表面皿,加热溶解至清亮,煮沸除去氮的氧化物,冷却。移入 100 0 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7 铅标准溶液(100 μ g/mL):移取 10.00 mL 铅标准储存液(4.6)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 铁标准储存液(1 000 μ g/mL):称取 1.000 0 g 纯铁,置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.5),盖上表面皿,加热溶解至清亮,煮沸除去氮的氧化物,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀

释至刻度,摇匀。

4.9 铁标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):移取 10.00 mL 铁标准储存液(4.8)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

5.1 分析天平:感量 0.1 mg。

5.2 原子吸收分光光度计,附铅、铁空心阴极灯。

原子吸收分光光度计应满足 GB/T 21187—2007 中第 3 章的规定。

6 试样的制备

试样用刚玉研钵研磨至通过 0.075 mm 筛,于 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 下烘 2 h 后,置于干燥器中,冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

称取约 1.0 g 试料,精确至 0.1 mg。

做两份试料的平行测定。结果取两次测定值的平均值。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 溶样

将试料(7.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.1)、10 mL 硝酸(4.2),置于电热板上加热至溶解完全,蒸干。取下稍冷,加入 10 mL 氢溴酸(4.3),蒸干,再加入 5 mL 氢溴酸(4.3),蒸干,冷却,加入 10 mL 盐酸(4.4),煮沸溶解残渣,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.4 铅的测定

7.4.1 铅工作曲线

移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 铅标准溶液(4.7)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,摇匀。该系列铅标准溶液浓度为 0 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、15.0 mg/L、20.0 mg/L、25.0 mg/L。

使用空气-乙炔火焰,于波长 283.3 nm 处,将原子吸收分光光度计调至最佳状态,以水调零,测量各溶液的吸光度。测定工作条件参见附录 A。以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制铅工作曲线。

7.4.2 试料溶液吸光度的测定

按 7.4.1 的条件,测定空白溶液和试料溶液的吸光度,从铅工作曲线上查出各溶液相应的铅的浓度。若溶液的吸光度超过工作曲线最高点,应适当稀释溶液使得其吸光度处在工作曲线中,稀释时要补加盐酸(4.4)以保持各溶液含酸量一致。

7.5 铁的测定

7.5.1 铁工作曲线

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液(4.9)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,摇匀。该系列铁标准溶液浓度为 0 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L、5.00 mg/L。

使用空气-乙炔火焰,于波长 248.3 nm 处,将原子吸收分光光度计调至最佳状态,以水调零,测量各溶液的吸光度。测定工作条件参见附录 A。以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制铁工作曲线。

7.5.2 试料溶液吸光度的测定

按 7.5.1 的条件,测定空白溶液和试料溶液的吸光度,从铁工作曲线上查出各溶液相应的铁的浓度。若溶液的吸光度超过工作曲线最高点,应适当稀释溶液使得其吸光度处在工作曲线中,稀释时要补加盐酸(4.4)以保持各溶液含酸量一致。

8 结果计算

试料中铅和铁的含量以质量分数 w 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times F}{m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w ——试料中铅或铁的含量,以 % 表示;
- ρ_1 ——从工作曲线上查得的试料溶液浓度,单位为毫克/升(mg/L);
- ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白溶液浓度,单位为毫克/升(mg/L);
- V ——试液的体积,单位为毫升(mL);
- F ——稀释倍数(未稀释时 $F=1$);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 2 位,当铅、铁的质量分数小于 0.01 % 时,表示到小数点后 3 位。

9 精密度

在重复性条件下,两次独立测试结果的绝对差值不大于按照表 1 重复性限表达式计算得的数值,以大于该数值的情况不超过 5 % 为前提;在再现性条件下,两个独立测试结果的绝对差值不大于按照表 1 再现性限表达式计算得的数值,以大于该数值的情况不超过 5 % 为前提。

表 1 精密度 %

元素	质量分数范围	重复性限 r	再现性限 R
铅	0.005~1	$r=0.040\ 4m^{0.897}$	$R=0.075\ 0m^{0.970}$
铁	0.002~0.5	$r=0.060\ 3m^{0.843}$	$R=0.070\ 0m^{0.749}$

注: m 为两次测定结果的平均值。

附 录 A
(资料性附录)

使用 PE-2100 原子吸收分光光度计测定铅、铁的工作条件

表 A.1 测定工作条件

元素	光源	波长/nm	灯电流/mA	狭缝/nm	空气流量/(L/min)	乙炔流量/(L/min)
铅	铅空心阴极灯	283.3	10	0.7	20	3.6
铁	铁空心阴极灯	248.3	20	0.2	20	5.2



SN/T 1031.6-2012

书号:155066·2-23985
定价: 14.00 元