



中华人民共和国国家标准

GB/T 8220.6—1998

铋化学分析方法 电热原子吸收光谱法测定铅量

Methods for chemical analysis of bismuth
—Determination of lead content—
Electrothermal atomic absorption spectrometric method

1998-08-19 发布

1999-03-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铋 化 学 分 析 方 法
电热原子吸收光谱法测定铅量

GB/T 8220.6—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字

1999年2月第一版 1999年2月第一次印刷

印数 1—800

*

书号: 155066·1-15500 定价 8.00 元

*

标 目 364—35

前 言

本标准是对 GB 8220.6—87《铋化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量》的修订。为满足 GB/T 915—1995《铋》的要求,修订时将测定下限由 0.000 5% 延伸至 0.000 4%,测定方法改为电热原子吸收光谱法,简化了分析步骤,标准中各章节均有较大改动。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 8220.6—87。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人:朱丽娟、张东风。

本标准 1966 年首次发布,1976 年 10 月第 1 次修订,1987 年 9 月第 2 次修订。

中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法 电热原子吸收光谱法测定铅量

GB/T 8220.6—1998

Methods for chemical analysis of bismuth

代替 GB 8220.6—87

—Determination of lead content—

Electrothermal atomic absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了铋中铅量的测定方法。

本标准适用于铋中铅量的测定。测定范围：0.000 4%~0.015%。

2 方法提要

试料以硝酸溶解。将适量溶液引入电热原子化器中，于原子吸收光谱仪波长 283.2 nm 处测量铅的吸光度。铅量小于 0.01% 时，采用基体加入法绘制工作曲线。

3 试剂

制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水，实验所用器皿均用稀硝酸浸泡后，用二次蒸馏水彻底清洗。

3.1 硝酸(1+1)，优级纯。

3.2 硝酸(1+3)，优级纯。

3.3 硝酸(2+98)，优级纯。

3.4 铅标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属铅($\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.2)，盖上表皿，低温加热溶解完全，取下，冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.5 铅标准溶液：移取 1.00 mL 铅标准贮存溶液(3.4)于 100 mL 容量瓶中，以硝酸(3.3)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铅。

3.6 铅标准溶液：移取 10.00 mL 铅标准溶液(3.5)于 100 mL 容量瓶中，以硝酸(3.3)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铅。

3.7 铋溶液(100 mg/mL)：称取 10.00 g 高纯铋($\geq 99.999\%$)，于 250 mL 高型烧杯中，加 40 mL 硝酸(3.1)，加热溶解完全后，取下，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用 5 mL 硝酸(3.1)冲洗烧杯，并入容量瓶中，以硝酸(3.3)稀释至刻度，混匀。

4 仪器

石墨炉原子吸收光谱仪(带扣背景装置)，附自动进样器及铅空心阴极灯。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

铅量 %	试料 g	分取试液体积 mL	测定试液体积 mL
0.000 4~0.001 0	0.5 000	全量	100
>0.00 10~0.005 0	0.5 000	10	50
>0.005~0.015	0.500 0	2.5	50

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 25 mL 烧杯中,加入 4.0 mL 硝酸(3.1),盖上表皿,低温加热至完全溶解,取下,冷却。用硝酸(3.3)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

5.3.2 当铅含量大于 0.001 0%时,按表 1 分取试液于 50 mL 容量瓶中,用硝酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.3.3 按附录 A 调整仪器参数至最佳状态,并按所选择的条件调整电热原子化器。用选定的加热程序空烧石墨管两次。

5.3.4 按表 1 将测定溶液注入原子化器中,按原子化程序原子化,于波长 283.2 nm 处测量铅的吸光度,每份试液测定两次,取其平均值,减去空白试验溶液吸光度的平均值,在工作曲线上查出相应的铅浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 $Pb \leq 0.001 0\%$ 的工作曲线

移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 铅标准溶液(3.6)于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 2.50 mL 铋溶液(3.7),用硝酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 $0.001 0\% < Pb \leq 0.005 0\%$ 的工作曲线

移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 铅标准溶液(3.6)于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.50 mL 铋溶液(3.7),用硝酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.4.3 $0.005\% < Pb \leq 0.015\%$ 的工作曲线

移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 铅标准溶液(3.6)于一组 50 mL 容量瓶中,用硝酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.4.4 与试料测定相同的条件下,测量标准溶液的吸光度,每份溶液测定两次,取其平均值,减去标准系列中“零”浓度溶液吸光度的平均值,以铅浓度为横坐标,吸光度平均值为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算铅的百分含量:

$$Pb(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100$$

式中: c ——自工作曲线上查出的铅浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——测定溶液的体积, mL;

V_2 ——分取试液的体积, mL;

m ——试料的质量, g。

分析结果应保留 2 位有效数字。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铅 量	允 许 差
0.000 4~0.001 3	0.000 2
>0.001 3~0.004 0	0.000 5
>0.004~0.008	0.001
>0.008~0.015	0.002

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

P—E3030B 型原子吸收光谱仪、HGA—600 型石墨炉原子化器测定的参考工作条件,见表 A1:

表 A1

元 素	铅	原子化程序				
		阶段	步骤	温度,℃	斜坡,s	保持,s
波长,nm	283.2	干燥	1	120	5	30
狭缝,nm	0.7	灰化	2	600	5	30
灯电流,mA	9	原子化	3	1 800	0	5
石墨管	热解涂层加平台	净化	4	2 400	2	2
进样量,μL	30	冷却	5	30	3	3



GB/T 8220.6—1998

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-15500

定价: 8.00 元

*

标 目 364—35