



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.1—2013
代替 GB/T 4325.1—1984

钼化学分析方法 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 1: Determination of lead content—
Graphite furnace atomic absorption spectrometry

2013-05-09 发布

2014-02-01 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 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.1—1984《钼化学分析方法 方波极谱法连续测定铅、镉量》中的铅量的测定。本部分与 GB/T 4325.1—1984 相比，主要技术变化如下：

- 将方波极谱法改为石墨炉-原子吸收光谱法；
- 测定范围调整为 0.000 1%~0.010 0%；
- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

GB/T 4325.1—2013

本部分起草单位：金堆城钼业股份有限公司、西北有色金属研究院。

本部分主要起草人：谢明明、王郭亮、李巧红、贺鑫、杨平平、孙宝莲、张江峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.1—1984。

钨化学分析方法

第 1 部分：铅量的测定

石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钨中铅量的测定方法。

本部分适用于三氧化钨、钨酸铵、钨粉、钨条中铅量的测定。测定范围：0.000 1%~0.010 0%。

2 方法提要

试料用过氧化氢溶解。在硝酸介质中，用氩气作保护气，于石墨炉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，本部分所用水为二级水或者二级以上水。所用试剂均为优级纯。

3.1 钨酸铵：质量分数 $\geq 99.99\%$ 。

3.2 钨基体： $(w_{Pb} \leq 0.000\ 005\%)$ 。

3.3 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

3.4 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 铅标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属铅($w_{Pb} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，盖上表皿，加入 30 mL 硝酸(3.5)，加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

3.7 铅标准溶液：移取 1.00 mL 铅标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铅。

3.8 氩气：体积分数大于 99.99%。

4 仪器

石墨炉原子吸收光谱仪，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：在与测定试液的基体相一致的溶液中，铅的特征浓度应不大于 1.6 ng/mL；

——精密度：测量最高标准溶液 10 次，其吸光度的标准偏差应不超过平均吸光度的 0.8%；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 0.4%；

——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。