



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.1—2013  
代替 GB/T 4325.1—1984

GB/T 4325.1—2013

## 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

中华人民共和国  
国家标准  
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  
GB/T 4325.1—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.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47296 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 4325.1—2013

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

5 试样

铅条应粉碎并通过 0.75 mm 标准筛网。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确到 0.000 1 g。

表 1

铅的质量分数/%	试料质量/g
0.000 1~0.001 0	1.00
>0.001 0~0.002 0	0.50
>0.002 0~0.010 0	0.10

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,用水润湿,加 5 mL 过氧化氢(3.4),低温加热完全溶解,加 3 mL 硝酸(3.3),煮沸 1 min~2 min,取下,用水冲洗杯壁,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.2 在石墨炉原子吸收光谱仪上测定空白溶液(6.3)及分析溶液(6.5.1)。在预先输入称样量、定容体积和稀释倍数下,仪器根据标准工作曲线,自动进行数据处理,计算并输出试料(6.1)的含量。

6.5 工作曲线绘制

6.5.1 按表 1 称取相同量铅基体(3.2),置于 150 mL 烧杯中,用水润湿,加 5 mL 过氧化氢(3.4),加热溶解,煮沸 1 min~2 min,冷却后转移至 100 mL 容量瓶中,分别加 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铅标准溶液(3.7),加 3 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 于石墨炉原子吸收光谱仪上,在选定的仪器工作条件下,在波长 283.3 nm 处,用氩气作保护气,设定所需标准溶液的浓度,仪器自动绘出工作曲线,线性系数应在 0.995 以上,否则重新测定或重新配制系列标准溶液进行测定。

7 分析结果的计算

铅含量以铅的质量分数  $w_{Pb}$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{Pb} = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

前 言

GB/T 4325《铅化学分析方法》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《铅化学分析方法 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。

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。

## 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

#### 1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中铅量的测定方法。  
本部分适用于三氧化钼、钼酸铵、钼粉、钼条中铅量的测定。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 钼酸铵：质量分数 $\geq 99.99\%$ 。
- 3.2 钼基体： $(w_{Pb} \leq 0.000\ 005\%)$ 。
- 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  $\mu\text{g}$  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  $\mu\text{g}$  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。