



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.7—2013  
代替 GB/T 3260.7—2000

GB/T 3260.7—2013

## 锡化学分析方法 第7部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin—  
Part 7: Determination of aluminium content—  
Electrothermal atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国  
国家标准  
锡化学分析方法  
第7部分：铝量的测定  
电热原子吸收光谱法  
GB/T 3260.7—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(100029)  
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  
2014年5月第一版 2014年5月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-48909 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 3260.7—2013

2013-12-17 发布

2014-09-01 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

表 1 试料量、浸取盐酸体积、柠檬酸溶液体积及测定试液总体积

铝的质量分数/%	试料量/g	浸取样品所用盐酸 (1+9)试液体积/mL	加入柠檬酸溶液 体积/mL	试液总体积/mL
0.000 30~0.001 0	0.25	5	1	25
>0.001 0~0.004 0	0.1	10	2	50

## 5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## 5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于 100 mL 石英烧杯中,加入 5 mL 水,10 mL 盐酸(3.1)和 1 mL 过氧化氢(3.3),低温加热溶解试样后,继续蒸发至近干,取下冷却。按表 1 所示体积加入盐酸溶液(3.4),微热溶解可溶性盐类,取下冷却至室温,用少量盐酸溶液(1+250)洗涤表皿及杯壁,移去表皿,按表 1 转移入容量瓶中,加入相应体积柠檬酸溶液,以盐酸溶液(1+250)定容,混匀。

注:试样分析溶液需保持清亮,不能浑浊,当天配制,当天完成测定。

5.4.2 根据仪器推荐的条件,调整所用仪器参数至最佳,选择合适的取样量。

5.4.3 用选定的程序空烧石墨管两次。

5.4.4 试液移入样品杯中,置于自动进样器样品盘中,将设定体积的试液注入原子化器中,按石墨炉升温程序原子化,于波长 309.3 nm 处测量铝的峰面积,每份试液测定两次,取其平均峰面积减去试料空白试验溶液的平均峰面积,从标准工作曲线查出铝的浓度。

5.4.5 工作曲线的绘制

5.4.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铝标准溶液 B(3.8),置于一组 100 mL 容量瓶中。加入 2 mL 盐酸(3.1)、4 mL 柠檬酸溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液限一周内使用。

5.4.5.2 在与样品溶液测定相同的条件下,测量标准溶液的峰面积,每份标准液测定两次,取其平均峰面积减去系列标准中“零”浓度溶液的峰面积平均值,以铝浓度为横坐标,峰面积平均值为纵坐标绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

铝含量以铝的质量分数  $w_{Al}$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{Al} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$  ——自工作曲线上查得的铝的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$\rho_0$  ——空白溶液的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$V$  ——试液测定体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试料的质量,单位为克(g)。

## 前 言

GB/T 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分:

- 第 1 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第 3 部分:铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:锑量的测定 孔雀绿分光光度法;
- 第 6 部分:砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法;
- 第 7 部分:铝量的测定 电热原子吸收光谱法;
- 第 8 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法;
- 第 10 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 13 部分:钴量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 3260.7—2000《锡化学分析方法 铝量的测定》的修订,本部分与 GB/T 3260.7—2000 相比,主要有如下变动:

- 电热原子吸收光谱法代替铬天青 S 分光光度法。
- 对文本格式进行了修改;
- 增加了重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位:北京矿冶研究总院、常熟出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位:云南锡业集团有限责任公司、鲑鱼圈出入境检验检疫局、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人:姜求韬、阮桂色、王慧、苏爱萍、许玉宇、李昌丽、高燕、陈树莲、冯先进、韩晓、张丽梅、王彩云。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3260.7—1982;
- GB/T 3260.7—2000。

# 锡化学分析方法

## 第7部分：铝量的测定

### 电热原子吸收光谱法

#### 1 范围

GB/T 3260 的本部分规定了锡中铝量的电热原子吸收光谱法测定方法。  
本部分适用于锡中铝量的测定。测定范围为 0.000 30%~0.004 0%

#### 2 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解,在盐酸和柠檬酸介质中,于电热原子吸收光谱仪 309.3 nm 处,塞曼扣除背景吸收,测量其吸收峰面积,按工作曲线法计算铝的含量。

#### 3 试剂

分析用水均为一级水。实验所用器皿均用盐酸(1+19)充分浸泡后,用水清洗干净备用。

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL, MOS 级)。

3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL, MOS 级)。

3.3 过氧化氢(30%, MOS 级)。

3.4 盐酸(1+9)。

3.5 柠檬酸溶液(优级纯, 200 g/L)。

3.6 铝标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铝( $w_{Al} \geq 99.99\%$ ),置于 250 mL 高型烧杯中,加入 25 mL 盐酸(1+1)和 3 mL 硝酸,盖上表皿,低温加热至完全溶解,取下,冷却,用水洗涤表皿及杯壁,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

3.7 铝标准溶液 A:移取 10.00 mL 铝标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 铝。

3.8 铝标准溶液 B:移取 5.00 mL 铝标准工作溶液(3.7)于 250 mL 容量瓶中,加入 12.5 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2  $\mu$ g 铝。

#### 4 仪器

石墨炉原子吸收光谱仪(具有塞曼扣除背景功能),配有石墨炉原子化器,自动进样器,附铝空心阴极灯及石墨管。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。