



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.1—2012
代替 GB/T 4103.1—2000

铅及铅合金化学分析方法 第 1 部分：锡量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 1: Determination of tin content

2012-12-31 发布

2013-10-01 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 4103《铅及铅合金化学分析方法》共分 16 部分：

- 第 1 部分：锡量的测定；
- 第 2 部分：铋量的测定；
- 第 3 部分：铜量的测定；
- 第 4 部分：铁量的测定；
- 第 5 部分：铋量的测定；
- 第 6 部分：砷量的测定；
- 第 7 部分：硒量的测定；
- 第 8 部分：碲量的测定；
- 第 9 部分：钙量的测定；
- 第 10 部分：银量的测定；
- 第 11 部分：锌量的测定；
- 第 12 部分：铈量的测定；
- 第 13 部分：铝量的测定；
- 第 14 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：铜、银、铋、砷、铋、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为 GB/T 4103 的第 1 部分。

本部分代替 GB/T 4103.1—2000《铅及铅合金化学分析方法 锡量的测定》，与 GB/T 4103.1—2000 相比，主要变化如下：

- 取消了邻苯二酚紫分光光度法，新增加了氢化物发生-原子荧光光谱法、苯茚酮分光光度法；
- 测定范围：氢化物发生-原子荧光光谱法 0.000 2%~0.002%，苯茚酮分光光度法 0.002%~0.50%；
- 方法三补充了铅合金中 $w_{\text{Sn}} \geq 1\%$ 时样品处理方法。

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：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、陕西东岭冶炼有限公司、白银有色西北铜加工有限公司。

本部分方法一起草单位：北京矿冶研究总院、株洲冶炼集团股份有限公司、河池市南方有色冶炼有限公司。

本部分方法二起草单位：陕西东岭冶炼有限公司、湖南水口山有色金属集团有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分方法三起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、湖南有色金属研究院、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分方法一主要起草人：汤淑芳、于力、刘春峰、宋丹青、曾凌云、蒙英宁、覃玉密。

本部分方法二主要起草人：李雪、周伟、闫惠、夏兵伟、陈海燕、邓志辉、杨林娟、周君玲。

本部分方法三主要起草人：张毅、向德磊、郭军、刘春峰、汤淑芳、曹小玲、庞文林、杨林娟、李改燕。

本部分所代替标准历次版本发布情况为：

- GB/T 4103.1—2000；

GB/T 4103.1—2012

- GB/T 472.6—1984;
- GB/T 4103.1—1983;
- GB/T 4103.2—1983。

铅及铅合金化学分析方法

第1部分:锡量的测定

1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅及铅合金中锡含量的测定方法。

本部分适用于铅及铅合金中锡含量的测定。

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(ISO 3696)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(ISO 1042)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(ISO 648)

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原则(ISO 384)

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法(ISO 4787)

3 总则

3.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂;所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内,其性能应达到检定要求的技术参数指标;玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 中规定的 A 级,具体使用方法参照 GB/T 12810 的要求。

4 方法一 氢化物发生-原子荧光光谱法

4.1 测定范围

本方法适用于铅锭、再生铅锭和电解沉积用铅阳极板(纯铅部分)中的锡量测定,测定范围为 0.000 2%~0.005 0%(质量分数)。

4.2 原理

试料经稀硝酸溶解,铅以硫酸铅沉淀形式与锡分离。在硫酸(1+99)介质中,锡被硼氢化钾还原成锡的氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量锡的荧光强度。

4.3 试剂

4.3.1 氢氧化钠,优级纯。

4.3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

4.3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。

- 4.3.4 硝酸(1+3)。
- 4.3.5 硫酸(1+1)。
- 4.3.6 氢氧化钠溶液(50 g/L)。
- 4.3.7 酚酞溶液(5 g/L)。
- 4.3.8 载流:硫酸(1+99)。
- 4.3.9 硫脲-抗坏血酸混合溶液:称取 5 g 硫脲、5 g 抗坏血酸,用水溶解后,稀释至 100 mL,混匀。用时现配。
- 4.3.10 硼氢化钾溶液(15 g/L):称取 7.5 g 硼氢化钾,溶于 500 mL 氢氧化钾溶液(5.0 g/L)中,混匀。用时现配。
- 4.3.11 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$),加入 100 mL 硫酸(4.3.5),低温加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锡。
- 4.3.12 锡标准溶液:移取 1.00 mL 锡标准贮存溶液(4.3.11)于 200 mL 容量瓶中,加入 4.0 mL 硫酸(4.3.5),稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 μg 锡。
- 4.3.13 氩气($w_{\text{Ar}} \geq 99.99\%$)。

4.4 仪器

- 4.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。
- 4.4.2 原子荧光光谱仪,附锡高性能空心阴极灯。

4.5 试样

4.5.1 试样要求

铅及铅合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑。

4.5.2 试料

根据锡含量,按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量、定容体积和试剂加入量

锡的质量分数 %	称样量 g	定容体积 mL	硫酸(4.3.5)加入体积 mL	加入硫脲-抗坏血酸混合溶液体积 mL
0.000 2~0.001 0	0.20	100	2.0	5
>0.001 0~0.005 0	0.10	200	4.0	10

4.6 分析步骤

警告:应按照原子荧光光谱仪器使用规程点燃和熄灭原子化器,以避免可能的危险。

4.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.6.3 标准溶液的制备

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锡标准溶液(4.3.12)于一组 100 mL 容量瓶中,以酚酞溶液(4.3.7)为指示剂,用氢氧化钠溶液(4.3.6)调至溶液恰变红色,加入 2.00 mL 硫酸(4.3.5),5 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(4.3.9),用水稀释至刻度,混匀。配制浓度为 0 ng/mL、2.50 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、15.0 ng/mL、20.0 ng/mL、25.0 ng/mL。用时现配。

4.6.4 试样溶液的制备

将试料(4.5.2)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(4.3.4),盖上表面皿,低温加热使试样溶解完全,加入 4 mL 硫酸(4.3.5),加热冒烟至湿盐状,冷却至室温,用约 10 mL 水洗涤杯壁及表面皿,煮沸,冷却后移入相应体积的容量瓶,以酚酞溶液(4.3.7)为指示剂,用氢氧化钠溶液(4.3.6)调至溶液恰变红色,准确加入相应体积的硫酸(4.3.5),摇匀后再加入相应体积的硫脲-抗坏血酸混合溶液(4.3.9),以水稀释至刻度,混匀。

4.6.5 测定

4.6.5.1 概述

仪器应配有由厂家推荐的锡高性能空心阴极灯,以硼氢化钾为还原剂、硫酸为载流、氩气为屏蔽气和载气测量锡的荧光强度。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立、校标(漂移校正、标准化、重新校准)和锡量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

4.6.5.2 工作曲线的绘制

按仪器的操作条件,以硼氢化钾溶液(4.3.10)为还原剂、硫酸(4.3.8)为载流、氩气为屏蔽气和载气测量系列标准溶液中锡的荧光强度,减去系列标准溶液中零浓度溶液的荧光强度,以锡的质量浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6.5.3 试液的测定

按仪器的操作条件,在与标准溶液测定相同条件下测量试样溶液的荧光强度,减去随同试样的空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查出相应的锡的质量浓度。

4.7 分析结果计算

锡的含量以锡的质量分数 w_{Sn} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

ρ ——自工作曲线上查得锡的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后四位。

4.8 精密度

4.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 2 给出的平均值范围内,这两个测试结果

的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2采用线性内插法求得。

表2 重复性限

锡的质量分数/%	0.000 2	0.001 1	0.005 0
重复性限(r)/%	0.000 1	0.000 3	0.000 5

注:重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准偏差。

4.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表3给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3采用线性内插法求得。

表3 再现性限

锡的质量分数/%	0.000 2	0.001 1	0.005 0
再现性限(R)/%	0.000 1	0.000 4	0.000 6

注:再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准偏差。

5 方法二 苯芴酮分光光度法

5.1 测定范围

本方法适用于铅合金中的锡量测定,测定范围为0.002 0%~0.50%(质量分数)。

5.2 原理

试料用混合酸溶解,铅以硫酸铅沉淀形式分离。在0.5 mol/L硫酸介质中,锡(IV)与苯芴酮-溴化十六烷基三甲胺生成有色络合物,于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度。

在显色溶液中,加入酒石酸、高锰酸钾、抗坏血酸及硫脲可消除银、小于50 μg 铈和小于80 μg 铝的干扰;在显色溶液中,当锡量大于50 μg 、铝量大于80 μg 时,于稀硫酸、酒石酸、硫氰酸铵介质中,用乙酸乙酯萃取锡的硫氰酸络合物,使锡与铈和铝分离,用硫酸和硝酸破坏有机相,再进行测定。

5.3 试剂

5.3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

5.3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。

5.3.3 乙酸乙酯。

5.3.4 硫酸(1+1)。

5.3.5 硫酸(5+13)。

5.3.6 混合酸:100 g 酒石酸溶于1 L 硝酸(1+3)中。

5.3.7 酒石酸溶液(100 g/L)。

5.3.8 对硝基酚溶液(1 g/L)。

5.3.9 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

5.3.10 抗坏血酸溶液(20 g/L):2 g 抗坏血酸溶于100 mL 水中,加入5滴硫酸(5.3.5),混匀,用时

现配。

5.3.11 高锰酸钾溶液(10 g/L)。

5.3.12 硫氰酸铵溶液(500 g/L)。

5.3.13 硫脲溶液(20 g/L)。

5.3.14 苯芴酮溶液(0.3 g/L):称取 0.06 g 苯芴酮溶于 195 mL 乙醇中,加入 5 mL 硫酸(5.3.5),混匀,贮存于棕色瓶中。

5.3.15 溴化十六烷基三甲胺溶液(10 g/L):称取 1.0 g 溴化十六烷基三甲胺溶于 100 mL 乙醇中。

5.3.16 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(5.3.2)加热至完全溶解,取下冷却。用硫酸(5.3.5)移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锡 0.1 mg。

5.3.17 锡标准溶液:移取 25.00 mL 锡标准贮存溶液(5.3.16)于 500 mL 容量瓶中,用硫酸(5.3.5)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锡 5 μg 。

5.4 仪器

5.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

5.4.2 分光光度计。

5.5 试样

5.5.1 试样要求

铅及铅合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑。

5.5.2 试料

根据锡含量,按表 4 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 4 称样量及定容体积

锡的质量分数/%	试料/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.002 0~0.008 0	2.00	100	15.00
>0.008~0.025	2.00	200	10.00
>0.025~0.10	1.00	250	5.00
>0.10~0.50	0.50	500	5.00

5.6 分析步骤

5.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.6.3 标准溶液的制备

5.6.3.1 显色溶液中锡量<50 μg 、铝量<80 μg 时

5.6.3.1.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锡标准溶液(5.3.17)分别置

于 50 mL 容量瓶中,加 2.0 mL 酒石酸(5.3.7),用水稀释至 15 mL 左右。

5.6.3.1.2 加入 1 滴对硝基酚溶液(5.3.8),滴加氢氧化钠溶液(5.3.9)中和至黄色出现,再滴加硫酸(5.3.5)至无色,补加 5.0 mL 硫酸(5.3.5)。

5.6.3.1.3 滴加高锰酸钾溶液(5.3.11)至红色不褪,放置 2 min,加入 2.0 mL 抗坏血酸溶液(5.3.10)混匀[铅银合金需补加 2.0 mL 硫脲溶液(5.3.13)],加入 2.0 mL 溴化十六烷基三甲胺溶液(5.3.15)、3.0 mL 苯芴酮溶液(5.3.14),以水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。待测定。

5.6.3.2 显色溶液中锡量 $\geq 50\ \mu\text{g}$ 、铝量 $\geq 80\ \mu\text{g}$ 时

5.6.3.2.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锡标准溶液(5.3.17),分别置于预先加入 20.0 mL 酒石酸溶液(5.3.7)的 125 mL 分液漏斗中。

5.6.3.2.2 加入 3.0 mL 硫酸(5.3.5),加水至 60 mL,加入 10 mL 硫氰酸铵溶液(5.3.12)、20 mL 乙酸乙酯(5.3.3),立即振荡萃取 2 min,静置分层,弃去水相,保留有机相。

5.6.3.2.3 将有机相转入 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸(5.3.4),低温加热至有机相挥发,高温加热至碳化出现,取下稍冷,滴加硝酸(5.3.1)至溶液清亮,继续加热,冒烟至尽,取下冷却。

5.6.3.2.4 加入 5 滴硫酸(5.3.5)、2.0 mL 酒石酸溶液(5.3.7),水洗杯壁,温热溶解盐类,取下冷却,转移至 50 mL 容量瓶中。以下按 5.6.3.1.2~5.6.3.1.3 进行。

5.6.4 试验溶液的制备

5.6.4.1 将试料(5.5.2)置于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 混合酸(5.3.6)加热至样品溶解完全,取下冷却。加入 3.0 mL 硫酸(5.3.4),将溶液按表 4 移入相应的容量瓶中,稀释至刻度,混匀,沉淀完全后,干过滤。

5.6.4.2 当显色溶液中锡量 $< 50\ \mu\text{g}$ 、铝量 $< 80\ \mu\text{g}$ 时,按表 4 分取试液于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(5.3.4),高温加热至碳化出现,取下稍冷,滴加硝酸(5.3.1)至溶液清亮,继续加热,冒烟至尽,取下冷却。以下按 5.6.3.2.4 进行。

5.6.4.3 当显色溶液中锡量 $\geq 50\ \mu\text{g}$ 、铝量 $\geq 80\ \mu\text{g}$ 时,按表 4 分取试液于预先加有 20.0 mL 酒石酸溶液(5.3.7)的 125 mL 分液漏斗中。以下按 5.6.3.2.2~5.6.3.2.4 进行。

5.6.5 测定

5.6.5.1 概述

仪器波长设定在 510 nm 处,用 1 cm 吸收皿进行测定。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立、校标(漂移校正、标准化、重新校准)和锡含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

5.6.5.2 工作曲线的绘制

将部分标准溶液移入 1 cm 吸收皿中,以零浓度标准溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,以锡的质量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制锡的工作曲线。

5.6.5.3 试液的测定

将部分样品溶液移入 1 cm 吸收皿中,以随同试料空白为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的锡的质量。

5.7 分析结果计算

锡的含量以锡的质量分数 w_{Sn} 计,数值以 % 表示,锡的含量按式(2)计算:

$$w_{Sn} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{V_1 \cdot m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：
m₁——从工作曲线上查的锡量，单位为微克(μg)；
V₀——试液总体积，单位为毫升(mL)；
V₁——分取试液体积，单位为毫升(mL)；
m₀——试料的质量，单位为克(g)。
所得结果表示至两位有效数字。

5.8 精密度

5.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 5、表 6 采用线性内插法求得。

表 5 直接光度法重复性限

锡的质量分数/%	0.002 5	0.012	0.036	0.11	0.58
r/%	0.000 5	0.002	0.006	0.02	0.04

表 6 萃取-光度法重复性限

锡的质量分数/%	0.002 0	0.005 4	0.059	0.51
r/%	0.000 6	0.001 0	0.009	0.05

注：重复性限(r)为 2.8S_r，S_r 为重复性标准偏差。

5.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值，在以下给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过 5%，再现性限(R)按表 7、表 8 采用线性内插法求得。

表 7 直接光度法再现性限

锡的质量分数/%	0.002 5	0.012	0.036	0.11	0.58
R/%	0.000 8	0.003	0.007	0.025	0.05

表 8 萃取-光度法再现性限

锡的质量分数/%	0.002 0	0.005 4	0.059	0.51
R/%	0.000 7	0.001 0	0.010	0.06

注：再现性限(R)为 2.8S_R，S_R 为再现性标准偏差。

6 方法三 碘酸钾滴定法

6.1 测定范围

本方法适用于铅锡合金、铅钙合金、铅合金箔中锡量的测定,测定范围为 0.50%~15.5%(质量分数)。

6.2 原理

试料用硫酸分解,样品中 $w_{\text{Sn}} < 1\%$ 时,在盐酸溶液中用铝片将锡还原为二价锡,以淀粉为指示剂,用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈浅蓝色为终点。样品中 $w_{\text{Sn}} \geq 1\%$ 时,在盐酸溶液中加还原铁粉,将三价锡还原为单质分离除去,再进行测定。

6.3 试剂

6.3.1 还原铁粉。

6.3.2 铝片。

6.3.3 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

6.3.4 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

6.3.5 盐酸(1+1)。

6.3.6 碳酸氢钠饱和溶液。

6.3.7 锡标准溶液:称取 1.000 g 金属锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 硫酸(6.3.3),盖上表面皿,微热使锡溶解完全,冷却,补加水至 200 mL,冷却后加入 400 mL 硫酸(1+1),冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

6.3.8 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(\text{KIO}_3)$ 约为 0.0028 mol/L]。

6.3.8.1 配制

称取 1.50 g 碘酸钾溶于含有 1.0 g 氢氧化钠和 40 g 碘化钾的 500 mL 水中,加热至完全溶解,冷却,用水稀释至 2 500 mL,混匀。

6.3.8.2 标定

移取 3 份 20.00 mL 锡标准溶液(6.3.7)分别置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硫酸(6.3.3),加入 100 mL 水、80 mL 盐酸(6.3.4),以下按(6.6.3.2)操作。

随同标定做空白试验。

按式(3)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 356.1} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——标定时试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——标定时空白试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——移取锡标准溶液(6.3.7)的质量,单位为毫克(mg);

356.1 ——与 1 mol 碘酸钾标准滴定溶液相当的锡的质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

取 3 杯标定结果的平均值为标准滴定溶液的浓度,保留四位有效数字,3 杯标定结果的极差值不大于 $2 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$,否则重新标定。

6.3.9 淀粉溶液(10 g/L):称取 1.0 g 可溶性淀粉于 200 mL 烧杯中,加少许水搅匀,加入 100 mL 沸水,煮沸,冷却。用时现配。

6.4 仪器

6.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

6.4.2 盖氏漏斗。

6.5 试样

6.5.1 试样要求

铅及铅合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑。

6.5.2 试料

根据锡含量,按表 9 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 9 称样量

锡的质量分数/%	称样量/g
0.50~4.0	1.00
>4.0~8.0	0.50
>8.0~15.5	0.30

6.6 分析步骤

6.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.6.3 测定

6.6.3.1 试料溶解和样品处理

6.6.3.1.1 样品中的 $w_{\text{Sn}} < 1\%$ 时:将试料(6.5.2)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硫酸(6.3.3),加热溶解至冒烟,取下,冷却。小心加入 100 mL 水、80 mL 盐酸(6.3.4)。

6.6.3.1.2 样品中的 $w_{\text{Sn}} \geq 1\%$ 时:将试料(6.5.2)置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(6.3.3),加热溶解至冒烟,取下,冷却。小心加入 100 mL 水、80 mL 盐酸(6.3.4)。加入 2 g 还原铁粉(6.3.1),常温下溶解,反应平静后,再加入 1 g 铁粉(6.3.1),反应 5 min,用垫脱脂棉的漏斗过滤于 500 mL 锥形瓶中。用盐酸(6.3.5)洗烧杯、漏斗各 3 次~5 次。

6.6.3.2 试液还原和滴定

6.6.3.2.1 试液还原

在试液中,加入 2 g 细碎的铝片(6.3.2),待剧烈反应平静后,盖上盛有碳酸氢钠饱和溶液的盖氏漏

斗,加热煮沸数分钟,待铝片溶解完全后,取下,流水冷却至室温,在冷却过程中随时补充碳酸氢钠饱和溶液,以隔绝空气。

6.6.3.2.2 试液滴定

取下盖氏漏斗,向锥形瓶中迅速加入 5 mL 淀粉溶液(6.3.9),立即用碘酸钾标准滴定溶液(6.3.8)滴定溶液恰呈浅蓝色为终点。

6.7 分析结果计算

锡的含量以锡的质量分数 w_{Sn} 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_{\text{Sn}} = \frac{c \cdot (V_3 - V_2) \times 356.1}{1\,000 \times m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——滴定时,滴定试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时,滴定空白试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

356.1 ——与 1 mol 碘酸钾标准滴定溶液相当的锡的质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至小数点后两位。

6.8 精密度

6.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 2 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 10 采用线性内插法求得。

表 10 重复性限

锡的质量分数/%	0.60	1.19	4.92	9.94	15.41
r /%	0.03	0.07	0.15	0.20	0.25

注:重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

6.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 3 给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 11 采用线性内插法求得。

表 11 再现性限

锡的质量分数/%	0.60	1.19	4.92	9.94	15.41
R /%	0.05	0.11	0.20	0.25	0.30

注:再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

7 试验报告

——试样;

- 使用的标准(包括发布或出版年号);
 - 分析结果及其表示;
 - 与基本分析步骤的差异;
 - 测定中观察到的异常现象;
 - 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铅及铅合金化学分析方法
第 1 部分:锡量的测定

GB/T 4103.1—2012

*

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

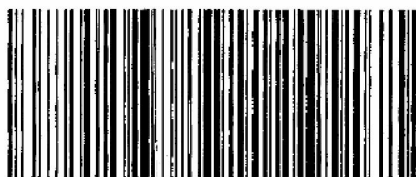
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47041 定价 18.00 元



GB/T 4103.1-2012

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