



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.13—2012
代替 GB/T 4103.13—2000

铅及铅合金化学分析方法 第 13 部分：铝量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 13: Determination of aluminium 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铅及铅合金化学分析方法
第 13 部分:铝量的测定
GB/T 4103.13—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 0.5 字数 10 千字
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47040 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

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：铊量的测定；
- 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 13 部分。

本部分代替 GB/T 4103.13—2000《铅及铅合金化学分析方法 铝量的测定》，与 GB/T 4103.13—2000 相比，主要有如下变动：

- 分析中显色缓冲体系发生了变化；
- 补充了精密度条款。

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。

本部分参加起草单位：河南豫光金铅股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、中金岭南韶关冶炼厂。

本部分主要起草人：周君玲、马金梅、张东光、向德磊、叶世源、黄萍。

本部分所代替标准历次版本发布情况为：

- GB/T 4103.13—2000。

铅及铅合金化学分析方法

第 13 部分:铝量的测定

1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅及铅合金中铝含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中铝含量的测定。

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 铬天青 S 分光光度法

4.1 测定范围

本方法适用于蓄电池板栅用铅钙合金锭、再生铅钙合金中铝含量的测定。测定范围为 0.005 0%~0.100%。

4.2 原理

试料用稀硝酸-EDTA 溶解,在乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,铝与铬天青 S 生成紫红色络合物,于分光光度计波长 555 nm 处测得其吸光度。 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 的干扰,可加抗坏血酸、硫脲隐蔽。

4.3 试剂

4.3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.3.3 硝酸(3+7)。

- 4.3.4 盐酸(1+1)。
- 4.3.5 盐酸(1+4)。
- 4.3.6 EDTA(50 g/L)。
- 4.3.7 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 4.3.8 硫脲溶液(200 g/L)。
- 4.3.9 抗坏血酸(10 g/L),现用现配。
- 4.3.10 铅溶液:称取 1.000 g 金属铅($w_{\text{Pb}} \geq 99.995\%$)于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(4.3.3),3 mL EDTA(4.3.6),低温溶解完全,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,混匀。用时现配。
- 4.3.11 乙酸-乙酸钠溶液:称取 309 g 三水合乙酸钠,加 500 mL 水溶解,加 20 mL 冰乙酸,以水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.3.12 铬天青溶液(1 g/L):称取 0.100 g 铬天青 S 溶于 100 mL 乙醇(1+1)溶液中。
- 4.3.13 铝标准贮存溶液:称取纯铝 0.100 0 g($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,0.3 g 左右氢氧化钠低温溶解完全后,用盐酸(4.3.4)慢慢中和至出现沉淀并过量 20 mL,加热至溶液澄清,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含铝 100 μg 。
- 4.3.14 铝标准溶液:移取 10.00 mL 铝标准贮存溶液(4.3.13),置于 500 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(4.3.4),用水稀释刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铝 2 μg 。

4.4 仪器

- 4.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。
- 4.4.2 分光光度计。

4.5 试样

4.5.1 试样要求

铝及铝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

称取试样 1.00 g,精确至 0.000 1 g。按表 1 分取试料溶液。

表 1 分取溶液体积

铝的质量分数/%	分取溶液体积/mL
0.005 0~0.008 0	10.00
>0.008 0~0.030	5.00
>0.030~0.050	2.00
>0.050~0.100	1.00

4.6 分析步骤

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

4.6.3.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 铝标准溶液(4.3.14),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入与试液等量铅溶液(4.3.10),加水至约 15 mL,混匀。

4.6.3.2 滴加氢氧化钠溶液(4.3.7)调至沉淀出现,再用盐酸(4.3.5)调至沉淀消失再过量两滴。加 1.0 mL 抗坏血酸溶液(4.3.9),2.0 mL 硫脲溶液(4.3.8),2.0 mL 铬天青 S 溶液(4.3.12),2.5 mL 乙酸-乙酸钠溶液(4.3.11),每加一种试剂均需混匀。用水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

4.6.4 试样溶液的制备

4.6.4.1 将试料(4.5.2)置于 100 mL 烧杯中,加 3.0 mL EDTA 溶液(4.3.6),加入 10 mL 硝酸(4.3.3),低温加热溶解完,取下冷却。将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.6.4.2 按表 1 分取试液于 50 mL 容量瓶中,加水至约 15 mL,混匀。以下按 4.6.3.2 操作。

4.6.5 测定

4.6.5.1 概述

仪器波长设定在 555 nm 处,用 2 cm 比色皿进行测定。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立和铝含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

将标准溶液(4.6.3.2)移入 2 cm 吸收皿中,以系列标准溶液中“0”浓度溶液为参比,于分光光度计波长 555 nm 处测量其吸光度,以铝的质量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制铝的工作曲线。

4.6.5.3 试液的测定

将部分试样溶液(4.6.4.2)移入 2 cm 吸收皿中,以随同试料空白为参比,于分光光度计波长 555 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铝的质量。

4.7 分析结果计算

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

$$w_{Al} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铝量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至三位小数。若铝含量小于 0.020% 时,表示至四位小数。

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定值,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 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

铝的质量分数/%	0.004 9	0.008 1	0.013 3	0.027	0.067	0.100
$r/\%$	0.001 0	0.001 2	0.001 5	0.002	0.008	0.010

注：重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

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定值,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 数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

铝的质量分数/%	0.004 9	0.008 1	0.013 3	0.027	0.067	0.100
$R/\%$	0.001 5	0.001 7	0.002 0	0.003	0.010	0.012

注：再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

5 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。



GB/T 4103.13-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47040

定价: 14.00 元