



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.16—2009

## 铅及铅合金化学分析方法 第 16 部分：铜、银、铋、砷、锑、锡、 锌量的测定 光电直读发射光谱法

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—  
Part 16: Determination of copper, silver, bismuth, arsenic,  
antimony, tin and zinc contents—  
Optical emission spectrometry

2009-04-08 发布

2010-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铅及铅合金化学分析方法  
第 16 部分:铜、银、铋、砷、锑、锡、  
锌量的测定 光电直读发射光谱法  
GB/T 4103.16—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

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  
2009 年 6 月第一版 2009 年 6 月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-37505 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)68533533

## 前 言

GB/T 4103《铅及铅合金化学分析方法》分为 16 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定；
- 第 2 部分：锑量的测定；
- 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：铊量的测定；
- 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、锑、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为第 16 部分。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

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。

本部分主要起草人：师世龙、涂小红、刘莹晶、孔建敏、钟勇。

# 铅及铅合金化学分析方法

## 第 16 部分：铜、银、铋、砷、锑、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法

### 1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅中的铜、银、铋、砷、锑、锡、锌量的测定方法。

本部分适用于铅中的铜、银、铋、砷、锑、锡、锌量的测定。测定范围见表 1。

表 1 元素测定范围

元 素	测定范围/%	元 素	测定范围/%
Cu	0.000 3~0.006 0	Sb	0.000 4~0.006 5
Ag	0.000 1~0.004 0	Sn	0.000 3~0.006 0
Bi	0.000 7~0.010	Zn	0.000 3~0.005 0
As	0.000 2~0.006 0	—	—

### 2 方法原理

试料经光源激发后,所辐射的特征光经入射狭缝到分光系统色散成光谱,此光谱强度与元素含量呈一定函数关系。对选定的内标线和分析线的强度进行光电测量,根据标准样品制作工作曲线,可求出待测元素的含量。

### 3 仪器、设备与材料

#### 3.1 铅锭光谱分析标样,标样值要求见表 2。

表 2 铅标样值

标准值	化学成分(质量分数)/%						
	Cu	Ag	Bi	As	Sb	Sn	Zn
低点,不大于	0.000 3	0.000 1	0.000 7	0.000 2	0.000 4	0.000 3	0.000 3
高点,不小于	0.006 0	0.004 0	0.010	0.006 0	0.006 5	0.006 0	0.005 0

#### 3.2 光电直读发射光谱仪检测限应满足表 3 要求,其他参数见附录 A。

表 3 光电发射光谱仪检测限

分析元素	测定下限	检出限	分析元素	测定下限	检出限
Cu	$\leq 3 \mu\text{g/g}$	$\leq 0.9 \mu\text{g/g}$	Sb	$\leq 4 \mu\text{g/g}$	$\leq 1.2 \mu\text{g/g}$
Ag	$\leq 1 \mu\text{g/g}$	$\leq 0.3 \mu\text{g/g}$	Sn	$\leq 3 \mu\text{g/g}$	$\leq 0.9 \mu\text{g/g}$
Bi	$\leq 7 \mu\text{g/g}$	$\leq 2.1 \mu\text{g/g}$	Zn	$\leq 3 \mu\text{g/g}$	$\leq 0.9 \mu\text{g/g}$
As	$\leq 2 \mu\text{g/g}$	$\leq 0.6 \mu\text{g/g}$	—	—	—

#### 3.3 精密车床或铣床。

#### 3.4 高纯氩气:氩气(Ar)纯度(体积分数) $\geq 99.999\%$ 。

#### 3.5 再校准样品:用来校准仪器工作状态的成分均匀、稳定的样品。再校准样品可以从标准样品(标准

物质)系列中选取,也可从满足要求的、均匀稳定的试样中选取。

3.6 控制样品:具有准确定值的与待测试样具有相似基体、相近组织结构的标准样品。

4 试料

4.1 取样

从熔融状态取样时,用预热过的模具浇铸成型。模具自选,但应保证试样均匀、无缩孔和裂纹。从铸锭、铸件、加工件上取样时,应从具有代表性的部位取样。

4.2 试样加工

试样分析面用车床或铣床加工成光洁的平面。加工时应防止试样过热氧化。

5 分析步骤

5.1 工作曲线的绘制

对标准样品按 4.2 进行加工后,使用光电直读发射光谱仪,在选定的分析条件下,对每个标准样品进行三次以上激发,测量分析线对强度比,取平均值对元素含量绘制工作曲线。

5.2 仪器再校准

对再校准样品按 4.2 进行加工后,使用光电直读发射光谱仪,在选定的分析条件下,在绘制工作曲线同时对再校准样品进行三次以上激发,采集并存储再校准样品的平均原始强度比。以后,可根据仪器漂移情况,定期或不定期按仪器再校准程序,激发再校准样品,对仪器进行再校准。

5.3 控制样品的测定

选择与待测样品元素含量范围接近的控制样品,按 4.2 对其加工后进行激发测定,仪器根据工作曲线与各校正因素自动计算测定结果;比较测定结果与控制样品定值结果,若存在显著差异,应查明原因,纠正错误,必要时重复 5.2 或 5.1 操作,直至控制样品测定获得满意结果,才能进行 5.4 测定。

5.4 测定

使用光电直读发射光谱仪,在选定的仪器分析条件下,对试料进行激发,测量分析线对强度比,同一试料最少进行两次激发,仪器根据工作曲线与各校正因素,自动进行数据处理,计算并输出各元素含量。

6 精密度

6.1 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 4 数据采用线性内插法求得:

表 4 重复性限

$w(\text{Cu})/\%$	0.000 28	0.001 6	0.003 1	0.006 4
$r/\%$	0.000 15	0.000 3	0.000 4	0.000 6
$w(\text{Ag})/\%$	0.000 26	0.000 61	0.001 6	0.004 3
$r/\%$	0.000 12	0.000 15	0.000 3	0.000 5
$w(\text{Bi})/\%$	0.001 0	0.002 6	0.005 2	0.010 4
$r/\%$	0.000 2	0.000 4	0.000 6	0.001 0
$w(\text{As})/\%$	0.000 34	0.001 3	0.001 9	0.005 6
$r/\%$	0.000 15	0.000 2	0.000 3	0.000 6
$w(\text{Sb})/\%$	0.000 39	0.001 4	0.002 9	0.007 1

表 4 (续)

$r/\%$	0.000 10	0.000 2	0.000 4	0.000 8
$w(\text{Sn})/\%$	0.000 31	0.001 4	0.005 5	—
$r/\%$	0.000 15	0.000 3	0.000 6	—
$w(\text{Zn})/\%$	0.000 25	0.001 4	0.002 4	0.004 6
$r/\%$	0.000 15	0.000 2	0.000 3	0.000 4

注：重复性( $r$ )为  $2.8S_r$ ,  $S_r$  为重复性标准差。

6.2 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 5 数据采用线性内插法求得:

表 5 再现性限

$w(\text{Cu})/\%$	0.000 28	0.001 6	0.003 1	0.006 4
$R/\%$	0.000 18	0.000 3	0.000 5	0.000 7
$w(\text{Ag})/\%$	0.000 26	0.000 61	0.001 6	0.004 3
$R/\%$	0.000 15	0.000 20	0.000 3	0.000 6
$w(\text{Bi})/\%$	0.001 0	0.002 6	0.005 2	0.010 4
$R/\%$	0.000 3	0.000 5	0.000 7	0.001 2
$w(\text{As})/\%$	0.000 34	0.001 3	0.001 9	0.005 6
$R/\%$	0.000 18	0.000 3	0.000 4	0.000 7
$w(\text{Sb})/\%$	0.000 39	0.001 4	0.002 9	0.007 1
$R/\%$	0.000 15	0.000 3	0.000 5	0.000 9
$w(\text{Sn})/\%$	0.000 31	0.001 4	0.005 5	—
$R/\%$	0.000 18	0.000 4	0.000 7	—
$w(\text{Zn})/\%$	0.000 25	0.001 4	0.002 4	0.004 6
$R/\%$	0.000 18	0.000 3	0.000 4	0.000 5

注：再现性( $R$ )为  $2.8S_R$ ,  $S_R$  为再现性标准差。

7 质量保证和控制

应选用国家级标准样品、行业级标准样品或精度相当的其他标准样品绘制工作曲线,根据需要定期或不定期对仪器进行再校准,每次分析前应采用控制样品校核本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应查明原因,纠正错误后,重新进行校核。

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件

光电直读光谱仪测定铅锭中的铜、银、铋、砷、锑、锡、锌量,所采用测量时序及光源参数参考工作条件见表 A.1,元素分析线对见表 A.2,仪器光学系统性能指标见表 A.3。

表 A.1 仪器光源参数

	冲 洗	高能预激发	电火花
时间/s	2.0	5.0	4.0
频率/Hz	0	400	200

表 A.2 仪器分析线参数

分析元素	分析线波长/nm	参比线/nm
Cu	324.754、327.396	Pb322.054
Ag	338.289、328.068	Pb322.054
Bi	306.772	Pb322.054
As	234.984	Bg191.890
Sb	231.147、206.833	Bg191.890
Sn	317.502、283.999	Pb322.054
Zn	334.502、213.856	Pb322.054

表 A.3 光学系统性能指标

性能指标	技术参数		
曲率半径/m	0.75		
刻线密度/(线/mm)	1 800	2 400	3 600
倒数线色散(一次)/(nm/mm)	0.74	0.55	0.37



GB/T 4103.16—2009

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-37505

定价: 14.00 元