



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.4—2012
代替 GB/T 4103.4—2000

铅及铅合金化学分析方法 第4部分：铁量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 4: Determination of iron 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：铈量的测定；
- 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、铈、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为 GB/T 4103 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 4103.4—2000《铅及铅合金化学分析方法 铁量的测定》，与 GB/T 4103.4—2000 相比，主要有如下变动：

- 测定方法改变：取消了 1,10-二氮杂菲分光光度法，采用火焰原子吸收光谱法；
- 测定范围：由 0.000 3%~0.012%扩展至 0.000 2%~0.050%；
- 补充了含大量铈、锡的铅合金样品的溶解和处理方法；
- 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。

本部分起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、北京矿冶研究总院、株洲冶炼集团股份有限公司、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、湖北金洋冶金股份有限公司。

本部分主要起草人：李岩、董秀文、张宁、冯先进、江求韬、周益、张莹、叶佩红、姜莉、李遵义、常银甫。

本部分所代替标准历次版本分布情况为：

- GB/T 4103.4—2000；
- GB/T 472.8—1984；
- GB/T 4103.6—1983。

铅及铅合金化学分析方法

第4部分:铁量的测定

1 范围

GB/T 4013 的本部分规定了铅及铅合金中铁含量的测定方法。

本部分适用于铅及铅合金中铁含量的测定。

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优级纯试剂;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 火焰原子吸收光谱法

4.1 测定范围

铁量测定范围为 0.000 2%~0.050%(质量分数)。

4.2 原理

试料用硝酸溶解($w_{\text{Fe}} < 0.001\%$,铅以硫酸铅沉淀形式与铁分离)。在稀酸介质中,用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处测量铁的吸光度。当试料含有大量锡、锑时,加 Na_2EDTA 、柠檬酸铵和酒石酸助溶和防止水解。

4.3 试剂

4.3.1 酒石酸。

4.3.2 柠檬酸。

4.3.3 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

4.3.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.3.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3.6 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)。

4.3.7 硝酸(1+3)。

4.3.8 硝酸(1+1)。

4.3.9 硫酸(1+1)。

4.3.10 硫酸(2+98)。

4.3.11 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(100 g/L):称取 10 g Na_2EDTA (4.3.6)溶于 80 mL 水中,用水稀释至 100 mL。

4.3.12 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁($w_{\text{Fe}} \geq 99.99\%$)置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(4.3.8),加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

4.3.13 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(4.3.12)置于 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 硝酸(4.3.8),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4.4 仪器

4.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

4.4.2 火焰原子吸收光谱仪,采用空气-乙炔火焰,波长 248.3 nm。

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

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量、硝酸量和试液体积

铁的质量分数 %	试料量 g	硝酸(4.3.7)加入量 mL	稀释总体积 mL	分取体积 mL	测量体积 mL
0.000 2~0.001	5.00	50	50	—	—
>0.001~0.005	5.00	50	250	—	—
>0.005~0.025	2.00	30	100	20	100
>0.025~0.050	0.50	15	100	20	100

4.6 分析步骤

警告:应按照原子吸收光谱仪器使用规程点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器,以避免可能的爆炸危险。

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

分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(4.3.13)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(4.3.8)[如试液是盐酸介质,则加入 10 mL 盐酸(4.3.5)],用水稀释至刻度,混匀。

4.6.4 试样溶液的制备

4.6.4.1 铁的质量分数 $\leq 0.001\%$ 时

4.6.4.1.1 铅锭:将试料(4.5.2)置于 300 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(4.3.7),盖上表皿,在电热板上低温分解完全,继续蒸发至出现大量结晶,取下,用水吹洗表皿及杯壁,摇动,使晶体全部溶解。

4.6.4.1.2 加入 5 mL 硫酸(4.3.9),混匀,静置 20 min,沉淀用慢速滤纸过滤,用硫酸(4.3.10)洗涤烧杯及沉淀 5 次~6 次,滤液收集于 300 mL 烧杯中,将烧杯置于电热板上加热蒸至白烟冒尽,取下,冷却至室温。

4.6.4.1.3 沿杯壁加入 5 mL 硝酸(4.3.8),用少量水冲洗杯壁,在电热板上微热至沸,使盐类溶解,取下,冷至室温,将溶液移入表 1 规定的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.4.1.4 铅合金(含高铋和高锡,硝酸不能溶解完全时):将试料(4.5.2)置于 300 mL 烧杯中,加入 2 g 酒石酸(4.3.1)[铅锡合金,再加入 2 g 柠檬酸(4.3.2)],10 mL Na_2EDTA 溶液(4.3.11),按表 1 加入硝酸(4.3.7),盖上表皿,在电热板上低温分解完全,继续蒸发至出现大量结晶,取下,用水吹洗表皿及杯壁,摇动,使晶体全部溶解。

4.6.4.1.5 加入 5 mL~10 mL 硫酸(4.3.9),混匀,静置 20 min,沉淀用慢速滤纸过滤,用硫酸(4.3.10)洗涤烧杯及沉淀 5 次~6 次,滤液收集于 300 mL 烧杯中,将烧杯置于电热板上加热蒸至完全碳化,取下,稍冷,沿杯壁加入 3 mL~5 mL 高氯酸(4.3.4),在电热板上蒸至白烟冒尽(保持湿盐状),取下,冷至室温。

4.6.4.1.6 沿杯壁加入 5.0 mL 盐酸(4.3.5),0.5 g 酒石酸(4.3.1),锡含量高时,再加 0.5 g 柠檬酸(4.3.2),用少量水冲洗杯壁,在电热板上微热至沸,使盐类溶解,取下,冷至室温,将溶液移入表 1 规定的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.4.2 铁的质量分数 $>0.001\%$ 时

4.6.4.2.1 铅锭:将试料(4.5.2)置于 300 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(4.3.7),盖上表皿,在电热板上低温分解完全,冷却。将溶液按表 1 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.4.2.2 铅合金:将试料(4.5.2)置于 300 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(4.3.7),加入 2 g~4 g 酒石酸(4.3.1)、2 g~4 g 柠檬酸(4.3.2)、10 mL Na_2EDTA (4.3.11),低温加热溶解完全,冷却。将溶液按表 1 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.4.2.3 按表 1 分取溶液,移入 100 mL 容量瓶中,补加 10 mL 硝酸(4.3.8),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铁元素空心阴极灯,波长设定在 248.3 nm 处,用空气-乙炔火焰进行测定。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)铁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

在波长 248.3 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测定标准溶液的吸光度。以铁浓度为横坐标,吸

光度为纵坐标绘制工作曲线。平行移动相关曲线,使之通过坐标原点。

4.6.5.3 试液的测定

将上述溶液(4.6.4)于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,与测量系列标准溶液同时使用空气-乙炔火焰,以水调零,测其吸光度,所测吸光度减去随同试料的空白溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的铁浓度。

4.7 分析结果计算

4.7.1 铁的含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以%表示,铁的含量 $\leq 0.005\%$ 按式(1)计算:

$$w_{Fe} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的铁浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

4.7.2 铁的含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以%表示,铁的含量在 $>0.005\%$ 按式(2)计算:

$$w_{Fe} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的铁浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——分取溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位,小于 0.010%时,表示到小数点后四位。

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

铁的质量分数/%	0.000 2	0.002 1	0.010	0.051
$r/\%$	0.000 1	0.000 5	0.002	0.005

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

铁的质量分数/%	0.000 2	0.002 1	0.010	0.051
$R/\%$	0.000 1	0.000 6	0.002	0.006

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。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铅及铝合金化学分析方法
第 4 部分:铁量的测定

GB/T 4103.4—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

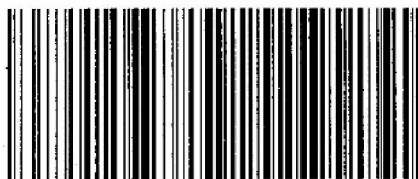
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号:155066·1-47042 定价 16.00 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 4103.4-2012