



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.7—2012  
代替 GB/T 4103.7—2000

---

## 铅及铅合金化学分析方法 第7部分：硒量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—  
Part 7: Determination of selenium 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 7 部分:硒量的测定

GB/T 4103.7—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](http://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 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-47037 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：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 7 部分。

本部分代替 GB/T 4103.7—2000《铅及铅合金化学分析方法 硒量的测定》，与 GB/T 4103.7—2000 相比，主要变化如下：

- 取消了示波极谱法，采用氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 测定范围由 0.005 0%~0.10% 调整为 0.005 0%~0.06%；
- 补充了铅铋合金溶解样品的方法；
- 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。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分主要起草人：陈殿耿、袁玉霞、马丽、李岩、董秀文、肖娟、谢喜清。

本部分所代替标准历次版本发布情况为：

- GB/T 4103.7—2000；
- GB/T 4103.10—1983。

# 铅及铅合金化学分析方法

## 第7部分: 硒量的测定

### 1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅及铅合金中硒含量的测定方法。

本部分适用于铅及铅合金中硒含量的测定。

### 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 氢化物发生-原子荧光光谱法

#### 4.1 测定范围

本方法适用于铅锭和特硬铅锑合金中硒含量的测定,测定范围为 0.005 0%~0.060%(质量分数)。

#### 4.2 原理

试料以硝酸-酒石酸溶解,加硫酸使铅成硫酸铅沉淀分离。于盐酸介质中,硒被硼氢化钾还原成硒的氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量硒的荧光强度。

#### 4.3 试剂

4.3.1 酒石酸。

4.3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。

4.3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。

4.3.4 硝酸(1+2)。

4.3.5 硫酸(除硒):取 200 mL 浓硫酸,缓慢加入到 200 mL 水中,再加 30 mL 氢溴酸,混匀,置于电热板上加热至出现浓白烟,此时体积应为 200 mL。

4.3.6 硫酸(除硒)(1+1)。

4.3.7 盐酸(2+3)。

4.3.8 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 10 g 硼氢化钾溶于 500 mL 氢氧化钾(5 g/L)溶液中,摇匀。用时现配。

4.3.9 硒标准贮存液:称取 0.100 0 g 纯硒( $w_{\text{Se}} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含硒 100  $\mu\text{g}$ 。

4.3.10 硒标准溶液:移取 2.00 mL 硒标准贮存液(4.3.9)于 200 mL 容量瓶中,加入 80 mL 盐酸(4.3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含硒 1  $\mu\text{g}$ 。

4.3.11 氙气( $w_{\text{Ar}} \geq 99.99\%$ )。

#### 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,附硒高性能空心阴极灯。

#### 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

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量及分取体积

硒的质量分数/%	称样量/g	分取体积/mL
0.005 0~0.010	1.00	5.00
>0.010~0.060	0.50	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

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 硒标准溶液(4.3.10)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.3.3),以水稀释至刻度,混匀。配制浓度为 0 ng/mL、20.0 ng/mL、40.0 ng/mL、60.0 ng/mL、80.0 ng/mL、100.0 ng/mL 硒标准工作溶液,用时现配。

#### 4.6.4 试样溶液的制备

将试料(4.5.2)置于250 mL烧杯中,加入1 g 酒石酸(4.3.1)、30 mL 硝酸(4.3.4),盖上表面皿,加热至溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物并蒸至有盐类析出,取下,以水洗杯壁和表面皿,控制溶液总体积约50 mL,再微热使盐类溶解,边搅拌边加入5 mL 硫酸(4.3.6),加热至沸后,取下冷却。以慢速定量滤纸过滤于100 mL容量瓶中,用水洗涤沉淀5次~8次,以水稀释至刻度,混匀。按表1分取适量溶液于50 mL容量瓶中,加入20 mL 盐酸(4.3.3),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硒高性能空心阴极灯,以硼氢化钾为还原剂,盐酸为载流,氩气为屏蔽气和载气测量硒的荧光强度。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)和硒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

按仪器的操作条件,以硼氢化钾溶液(4.3.8)为还原剂,盐酸(4.3.7)为载流,氩气为屏蔽气和载气测量标准系列(4.6.3)硒的荧光强度,减去标准系列中零浓度溶液的荧光强度,以硒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(4.6.4)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硒的质量浓度。

#### 4.7 分析结果计算

硒的含量以硒的质量分数  $w_{\text{Se}}$  计,数值以%表示,硒的含量按式(1)计算:

$$w_{\text{Se}} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$  ——自工作曲线上查得硒的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/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)。

计算结果表示到两位有效数字。

#### 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

硒的质量分数/%	0.005 0	0.018	0.045	0.060
$r/\%$	0.001 1	0.004	0.006	0.007

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：

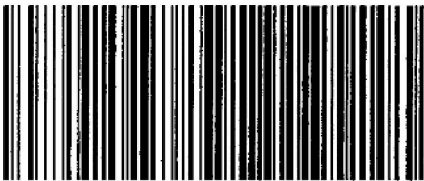
表 3 再现性限

硒的质量分数/%	0.005 0	0.018	0.045	0.060
$R/\%$	0.001 7	0.006	0.008	0.009

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 4103.7-2012

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-47037

定价: 14.00 元