

全国有色金属标准化技术委员会 编
中国标准出版社第五编辑室

铅及铅合金 标准汇编

2008



 中国标准出版社

铅及铅合金标准汇编

2008

全国有色金属标准化技术委员会 编
中国标准出版社第五编辑室

中国标准出版社

北京 100044

铅及铅合金标准汇编

8005

图书在版编目 (CIP) 数据

铅及铅合金标准汇编. 2008/全国有色金属标准化技术委员会, 中国标准出版社第五编辑室编. —北京: 中国标准出版社, 2008

ISBN 978-7-5066-5061-8

I. 铅… II. ①全…②中… III. ①铅-工业产品-标准-汇编-中国②铅合金-工业产品-标准-汇编-中国
IV. TG146.1-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 160815 号

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

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 28.25 字数 814 千字

2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

*

定价 145.00 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

有色金属是国民经济、国防工业、科技发展及人民日常生活必不可少的基础材料和重要的战略物资。农业现代化、工业现代化、国防和科技现代化都离不开有色金属。世界上众多国家尤其是工业发达国家,都竞相发展有色金属工业,增加有色金属的战略储备。

建国近 60 年来,中国有色金属工业取得了辉煌的成就,兴建了一大批有色金属矿山、冶炼和加工企业,组建了地质、设计、勘察、施工等建设单位和科研、教育、环保、信息等单位以及物资供销和进出口贸易单位,形成了一个布局比较合理、体系比较完整的行业。进入 21 世纪后,中国有色金属工业继续呈现出快速、平稳、健康发展的良好态势。有色金属产品产量持续增长;国内外市场有色金属价格持续在高位波动,规模以上企业尤其是资源型企业经济效益大幅度提高;有色金属进出口额平稳增长。

为了推动有色金属工业走新型工业化道路,达到产品结构调整、清洁生产、环境友好的目的和实现可持续发展的战略目标,有色金属标准化工作坚持密切配合有色金属工业的发展需要,积极推动标准制修订工作,制定了大量新标准来满足市场需求,填补空白。同时对不能满足市场需求的长标龄标准进行了修订,提高了标准整体水平,促进了产品质量的提高。

为深入贯彻落实《中华人民共和国标准化法》、《国家中长期科学和技术发展规划纲要》,加强有色金属工业标准化工作,提高有色金属产品质量,并满足广大有色金属企业、事业单位和其他行业对有色金属标准的迫切需要,全国有色金属标准化技术委员会和中国标准出版社组织编辑出版了这套《有色金属工业标准汇编》。本套汇编系统地汇集了由国家标准和行业标准主管部门批准发布实施的现行有色金属国家标准、行业标准,各标准汇编分册如下:

变形铝合金材料标准汇编 产品卷

变形铝合金材料标准汇编 方法卷

镁及镁合金标准汇编

钛及钛合金标准汇编

铜及铜合金标准汇编 产品卷

铜及铜合金标准汇编 方法卷

铅及铅合金标准汇编

锌及锌合金标准汇编

镍、钴及镍、钴合金标准汇编

锡、锑及锡、锑合金标准汇编

稀有金属及合金标准汇编 产品卷

稀有金属及合金标准汇编 方法卷

半导体材料标准汇编

粉末冶金标准汇编

稀土金属及合金标准汇编

贵金属及合金标准汇编

本汇编分册为《铅及铅合金标准汇编》，收集了截至2008年6月底批准、发布的有色金属国家标准、行业标准共69项，其中国家标准34项，有色行业标准35项。

本汇编分册收入的标准均为现行有效标准。但是，由于客观情况变化，各使用单位在参照执行时，应注意个别标准的修订情况。本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB或GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以目录标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意核对)。

标准号中括号内的年代号，表示在该年度确认了该项标准，但未重新出版。

由于所收录标准的发布年代不尽相同，我们对标准中所涉及到的有关量和单位的表示方法未做统一改动，这次汇编时只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

本汇编目录中，凡标准名称后用括号注明国家标准“(原GB××××—××)”的行业标准，均由国家标准转换而来。这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号，正文内容完全不变)，故本汇编中正文部分仍为原国家标准。

本汇编分册可供从事铅及铅合金材料生产、检测、设计和贸易等方面的人员参考使用。

编者

2008年8月

目 录

一、化学分析方法标准

GB/T 4103.1—2000	铅及铅合金化学分析方法	锡量的测定	3
GB/T 4103.2—2000	铅及铅合金化学分析方法	锑量的测定	9
GB/T 4103.3—2000	铅及铅合金化学分析方法	铜量的测定	16
GB/T 4103.4—2000	铅及铅合金化学分析方法	铁量的测定	21
GB/T 4103.5—2000	铅及铅合金化学分析方法	铋量的测定	25
GB/T 4103.6—2000	铅及铅合金化学分析方法	砷量的测定	29
GB/T 4103.7—2000	铅及铅合金化学分析方法	硒量的测定	33
GB/T 4103.8—2000	铅及铅合金化学分析方法	碲量的测定	37
GB/T 4103.9—2000	铅及铅合金化学分析方法	钙量的测定	41
GB/T 4103.10—2000	铅及铅合金化学分析方法	银量的测定	46
GB/T 4103.11—2000	铅及铅合金化学分析方法	锌量的测定	52
GB/T 4103.12—2000	铅及铅合金化学分析方法	铊量的测定	57
GB/T 4103.13—2000	铅及铅合金化学分析方法	铝量的测定	61
GB/T 8152.1—2006	铅精矿化学分析方法	铅量的测定 酸溶解-EDTA 滴定法	65
GB/T 8152.2—2006	铅精矿化学分析方法	铅量的测定 硫酸铅沉淀-EDTA 返滴定法	81
GB/T 8152.3—2006	铅精矿化学分析方法	三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法	97
GB/T 8152.4—2006	铅精矿化学分析方法	锌量的测定 EDTA 滴定法	103
GB/T 8152.5—2006	铅精矿化学分析方法	砷量的测定 原子荧光光谱法	109
GB/T 8152.7—2006	铅精矿化学分析方法	铜量的测定 火焰原子吸收光谱法	115
GB/T 8152.9—2006	铅精矿化学分析方法	氧化镁的测定 火焰原子吸收光谱法	121
GB/T 8152.10—2006	铅精矿化学分析方法	银量和金量的测定 铅析或灰吹火试金和 火焰原子吸收光谱法	126
GB/T 8152.11—2006	铅精矿化学分析方法	汞量的测定 原子荧光光谱法	151
GB/T 8152.12—2006	铅精矿化学分析方法	镉量的测定 火焰原子吸收光谱法	157
GB/T 14262—1993	散装浮选铅精矿取样、制样方法		162
YS/T 53.1—1992	铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法	火试金富集-火焰原子吸收光谱法 及硫代米蚰分光光度法测定金量	169
YS/T 53.2—1992	铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法	流动注射-8531 纤维微型柱分离 富集-火焰原子吸收光谱法测定金量	175
YS/T 53.3—1992	铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定银量	182
YS/T 87—1995	铜、铅电解阳极泥中金、银分析取样方法		186
YS/T 88—1995	铜、铅电解阳极泥化学分析方法	火试金重量法测定金量和银量	191
YS/T 229.1—1994	高纯铅中银、铜、铋、铝、镍、锡、镁、铁量的测定(化学光谱法) (原 GB/T 2593.1—1981)		195
YS/T 229.2—1994	高纯铅中砷量的测定(砷钼蓝吸光光度法)(原 GB/T 2593.2—1981)		198

YS/T 229.3—1994	高纯铅中铋量的测定(孔雀绿吸光光度法)(原 GB/T 2593.3—1981)	200
YS/T 248.1—2007	粗铅化学分析方法 铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法	203
YS/T 248.2—2007	粗铅化学分析方法 锡量的测定 苯基荧光酮分光光度法和碘酸钾滴定法	209
YS/T 248.3—2007	粗铅化学分析方法 铋量的测定 火焰原子吸收光谱法	219
YS/T 248.4—2007	粗铅化学分析方法 砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法和萃取-碘滴定法	225
YS/T 248.5—2007	粗铅化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法	233
YS/T 248.6—2007	粗铅化学分析方法 金量和银量的测定 火试金法	239
YS/T 248.7—2007	粗铅化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法	245
YS/T 248.8—2007	粗铅化学分析方法 铈量的测定 火焰原子吸收光谱法	251
YS/T 248.9—2007	粗铅化学分析方法 铈量的测定 火焰原子吸收光谱法	257
YS/T 248.10—2007	粗铅化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法	263
YS/T 461.1—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 铅量与铈量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法	269
YS/T 461.2—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法	275
YS/T 461.3—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法	281
YS/T 461.4—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 砷量的测定 碘滴定法	287
YS/T 461.5—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法	293
YS/T 461.6—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 汞量的测定 冷原子荧光光谱法	299
YS/T 461.7—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法	305
YS/T 461.8—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法	311
YS/T 461.9—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法	317
YS/T 461.10—2003	混合铅锌精矿化学分析方法 金量与银量的测定 火试金法	323

二、冶炼及矿产品标准

GB/T 469—2005	铅锭	331
GB/T 21181—2007	再生铅及铅合金锭	337
YS/T 71—2004	粗铅	343
YS/T 265—1994	高纯铅(原 GB/T 8004—1987)	348
YS/T 319—2007	铅精矿	353
YS/T 452—2002	混合铅锌精矿	357

三、加工产品标准

GB/T 1470—2005	铅及铅铋合金板	365
GB/T 1472—2005	铅及铅铋合金管	373
GB 3132—1982	保险铅丝	381
GB/T 8740—2005	铸造轴承合金锭	387
GB/T 13588—2006	铅及铅合金废料	395
GB 20424—2006	重金属精矿产品中有害元素的限量规范	401
GB 20664—2006	有色金属矿产品的天然放射性限值	407
GB 21250—2007	铅冶炼企业单位产品能源消耗限额	417
YS/T 498—2006	电解沉积用铅阳极板	427
YS/T 523—2006	锡、铅及其合金箔和锌箔(原 GB/T 5191—1985)	432
YS/T 636—2007	铅及铅铋合金棒和线材	437



一、化学分析方法标准



前 言

本标准采用两种化学分析方法测定铅及铅合金中的锡含量。其中方法1是对GB/T 4103.2—1983《铅基合金化学分析方法 邻苯二酚紫-十六烷基三甲基溴化铵光度法测定锡量》、GB/T 472.6—1984《铅铋化学分析方法 邻苯二酚紫-溴化十六烷基三甲基铵分光光度法测定锡量》的修订；方法2是对GB/T 4103.1—1983《铅基合金化学分析方法 碘量法测定锡量》的重新确认，只进行编辑性修改。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准自生效之日起，代替GB/T 4103.1—1983、GB/T 4103.2—1983、GB/T 472.6—1984。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由沈阳冶炼厂、白银有色金属公司西北铜加工厂负责起草。

本标准方法1由白银有色金属公司西北铜加工厂起草；方法2由北京有色金属熔炼厂起草。

本标准方法1主要起草人：潘 峰；方法2主要起草人：黄美林、李继和。

铅及铅合金化学分析方法
锡量的测定

GB/T 4103.1—2000

代替 GB/T 4103.1—1983

GB/T 4103.2—1983

GB/T 472.6—1984

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys

—Determination of tin content

方法1 邻苯二酚紫-溴化十六烷基三甲基铵分光光度法测定锡量

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中锡含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中锡含量的测定。测定范围:0.000 50%~1.00%。

2 方法提要

试料用硝酸和柠檬酸溶解。使铅成硫酸铅沉淀分离。在硝酸-柠檬酸介质中,加入邻苯二酚紫、溴化十六烷基三甲基铵与锡生成络合物,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(1+4)。

3.4 硫酸(1+99)。

3.5 硝酸(1+2)。

3.6 溶样酸:称取 25 g 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)溶解于 100 mL 硝酸(3+7)中。

3.7 混合酸:称取 50 g 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$),用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。

3.8 乳酸(1+4)。

3.9 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)溶液(250 g/L)。

3.10 硫脲溶液(20 g/L)。

3.11 抗坏血酸溶液(40 g/L)。

3.12 邻苯二酚紫溶液(0.18 g/L)。

3.13 溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)溶液(0.3 g/L):溶解在热水中,温度低时如有沉淀析出,可加热溶解后继续使用。

3.14 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$,即 Na_2EDTA)溶液(37 g/L)。

3.15 锡标准贮存溶液:称取 0.250 0 g 纯锡,置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 5 mL 盐酸(1+1),滴加过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)使锡完全溶解,煮沸使过氧化氢分解,冷却。以水洗涤表皿及杯壁,移入 500 mL 容量瓶中,加 20 g 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$),100 mL 硝酸(3.2),混匀,使柠檬酸溶解,以水稀释至

国家质量技术监督局 2000-08-28 批准

2000-12-01 实施

刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 锡。

3.16 锡标准溶液:移取 5.00 mL 锡标准贮存溶液(3.15)于 500 mL 容量瓶中,用混合酸(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 锡。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

锡含量, %	试料量, g	溶解用酸, mL		分取比	分取后补加酸量, mL	
		溶样酸	硝酸(3.5)		溶解酸	硫酸(3.1)
0.000 50~0.002 5	1.0	1	15	全量	0	0
>0.002 5~0.005 0	1.0	2	15	50/100	0	1
>0.005 0~0.025	0.4	20	0	25/100	0	2
>0.025~0.12	0.2	10	0	10/100	2	2
>0.12~0.50	0.1	20	0	10/200	2	2
>0.50~1.00	0.1	20	0	5/200	2	2

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

称取 2 份试样,其中 1 份进行至 5.3.7 条时,向溶液中加入 0.5 mL Na_2EDTA 溶液,留此作参比溶液。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 200 mL 烧杯中,锡量不大于 0.002 5% 称取 2 份试样;锡量大于 0.002 5% 称取 1 份试样。按表 1 加入溶样酸及硝酸(3.5),低温加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却。用水洗涤表皿及杯壁,加水至体积约 30 mL。

5.3.2 加入 20 mL 硫酸(3.3),混匀,冷却。用慢速定量滤纸将滤液过滤于 200 mL 烧杯中,含锡量大于 0.002 5% 的试料,按表 1 过滤于相应的容量瓶中,用硫酸(3.4)洗涤烧杯及沉淀 7~8 次,并用硫酸(3.4)稀释至刻度,混匀。

5.3.3 按表 1 取全量的 2 份试液,直接按 5.3.4 条进行。锡量大于 0.002 5% 的试料分取 2 份试液于 200 mL 烧杯中,按表 1 补加溶样酸及硫酸(3.1)。

5.3.4 加热蒸发至溶液刚产生泡沫时,盖上表皿,移至高温处蒸发至溶液冒白烟。用吸量管沿杯壁加入 0.5 mL 左右硝酸(3.2),混匀。待棕色烟退去,取下烧杯。稍冷,用 1 mL 硝酸(3.2)洗涤表皿,加热、混匀。蒸发至 1 mL 左右,再加入约 0.3 mL 硝酸(3.2),混匀,加热至冒白烟。重复加硝酸操作,在少量硫酸存在下将柠檬酸完全炭化。蒸发至杯底及杯壁均无硫酸烟,再加热杯壁不同位置 30 min。

5.3.5 根据试液中含锡量加入不同量的柠檬酸溶液。

锡量不大于 4.5 mg 时,加 4 mL;锡量 4.5~10.8 mg 时加 5 mL;锡量大于 10.8 mg 时加 6 mL。加热溶解盐类,冷却。

5.3.6 将溶液移入预先盛有 6 mL 混合酸的 50 mL 容量瓶中,铅银合金加 2.5 mL 硫脲溶液。

5.3.7 向 1 份试液中加入 0.5 mL Na_2EDTA 溶液(此为补偿溶液)。另 1 份试液直接按 5.3.8 条进行。

5.3.8 向溶液中加入 2.5 mL 抗坏血酸溶液,2.5 mL 乳酸,5 mL 邻苯二酚紫溶液,5 mL CTMAB 溶液,每加 1 种试剂均须混匀。以水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

5.3.9 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以补偿溶液(5.3.7)为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的锡量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 锡标准溶液于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 6.0,5.0,4.0,3.0,2.0,1.0 mL 混合酸,加 4 mL 柠檬酸溶液,以下按 5.3.8 条进行。

5.4.2 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。以锡量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算锡的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的锡量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。若锡含量小于 0.10% 时,表示至三位小数;小于 0.010% 时表示至四位小数;小于 0.001 0% 时表示至五位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

锡 含 量	允 许 差
0.000 50~0.001 5	0.000 20
>0.001 5~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.006 0	0.000 6
>0.006 0~0.025	0.001 2
>0.025~0.080	0.008
>0.080~0.20	0.015
>0.20~0.60	0.03
>0.60~1.00	0.08

方法 2 碘酸钾滴定法测定锡量

8 范围

本标准规定了铅及铅合金中锡含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中锡含量的测定。测定范围: >1.00%~15.50%。

9 方法提要

试料用硫酸溶解,在盐酸溶液中用铝片将四价锡还原为二价锡。以淀粉为指示剂,用碘酸钾标准溶液滴定。

10 试剂

- 10.1 铝片。
 10.2 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。
 10.3 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。
 10.4 碳酸氢钠饱和溶液。
 10.5 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3)=0.033 \text{ mol/L}$]。
 10.5.1 配制

称取 3.567 g 碘酸钾(优级纯)于含有 2 g 氢氧化钠及 10 g 碘化钾约 200 mL 水中,待溶解后,用水稀释至 3 000 mL,混匀。

10.5.2 标定

称 0.050 0 g 纯锡(>99.95%)于 500 mL 锥形瓶中,以下按 12.3.2~12.3.4 条进行。随同标定做空白试验。

按式(2)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m_1}{(V_2 - V_1) \times 0.05934} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——标定时试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——标定时空白试验溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——锡的质量, g;

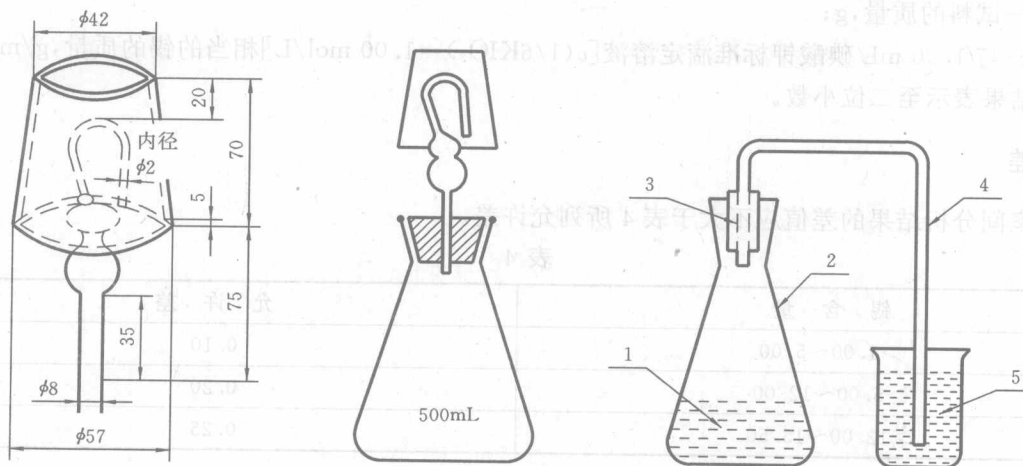
0.05934——与 1.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3)=1.00 \text{ mol/L}$] 相当的锡的质量, g/mol。

取 3 份进行标定,其标定所消耗碘酸钾标准滴定溶液体积的极差不超过 0.10 mL,取其平均值。否则重新标定。

10.6 淀粉溶液:称取 1.0 g 可溶性淀粉于 200 mL 烧杯中,加少许水搅匀,将其倒入 100 mL 沸水中,煮沸,冷却。

11 仪器

锡还原装置,见图 1。



1—锡溶液;2—锥形瓶;3—橡皮管;4—玻璃管;5—碳酸氢钠饱和溶液

图 1 锡还原装置示意图

12 分析步骤

12.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

锡 含 量, %	试 料 量, g
>1.00~4.00	1.5
>4.00~6.00	1.0
>6.00~12.00	0.5
>12.00~15.50	0.3

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

12.2 空白试验

随同试料做空白试验。

12.3 测定

12.3.1 将试料(12.1)置于 500 mL 锥形瓶中。

12.3.2 加入 20 mL 硫酸,加热溶解至冒硫酸烟,取下,冷却。

12.3.3 加入 100 mL 水,70 mL 盐酸,2.0 g 铝片,按示意图盖上盛有碳酸氢钠饱和溶液的盖氏漏斗塞子,加热煮沸数分钟,待溶液澄清后,急速流水冷却至室温,在冷却过程中须随时注意补充碳酸氢钠饱和溶液,以隔绝空气。

12.3.4 取下盖氏漏斗,向锥形瓶中迅速加入 5 mL 淀粉溶液,用碘酸钾标准滴定溶液滴定至溶液恰呈浅蓝色为终点。

13 分析结果的表述

按式(3)计算锡的百分含量:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{c(V_3 - V_0) \times 0.059\,34}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_3 ——测定时滴定试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——测定时滴定空白试验溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g;

0.059 34——与 1.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3)=1.00\text{ mol/L}$] 相当的锡的质量, g/mol。

所得结果表示至二位小数。

14 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

%

锡 含 量	允 许 差
>1.00~5.00	0.10
>5.00~12.00	0.20
>12.00~15.50	0.25

前 言

本标准采用两种化学分析方法测定铅及铅合金中的铈含量。其中方法1是对GB/T 4103.3—1983《铅基合金化学分析方法 结晶紫光度法测定铈量》、GB/T 472.5—1984《铅铋化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定铈量》的修订；方法2是对GB/T 4103.4—1983《铅基合金化学分析方法 溴酸盐容量法测定铈量》的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准自生效之日起，代替GB/T 4103.3—1983、GB/T 4103.4—1983、GB/T 472.5—1984。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由沈阳冶炼厂、白银有色金属公司西北铜加工厂负责起草。

本标准由白银有色金属公司西北铜加工厂起草。

本标准方法1主要起草人：赵 义；方法2主要起草人：於建中、杨桂平。

铅及铅合金化学分析方法 锑量的测定

GB/T 4103.2—2000

代替 GB/T 4103.3—1983
GB/T 4103.4—1983
GB/T 472.5—1984

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys

—Determination of antimony content

方法1 结晶紫分光光度法测定锑量

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中锑含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中锑含量的测定。测定范围：0.000 30%~0.060%。

2 方法提要

试料用硝酸或硫酸-硫酸钾溶解，加硫酸或盐酸使主量铅生成硫酸铅或氯化铅沉淀，分离除去。在盐酸介质中，用甲苯萃取锑氯络阴离子与结晶紫生成的蓝色络合物，于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度。试料中若含铈，则使锑与铁生成氢氧化物的共沉淀与其分离。

3 试剂

- 3.1 无水硫酸钠。
- 3.2 硫酸钾。
- 3.3 甲苯。
- 3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 硫酸(1+3)。
- 3.8 硫酸(1+99)。
- 3.9 硝酸(1+3)。
- 3.10 磷酸(1+4)。
- 3.11 硫脲溶液(500 g/L)。
- 3.12 亚硝酸钠溶液(100 g/L)。
- 3.13 氯化铵饱和溶液。
- 3.14 氯化铵溶液(10 g/L)。
- 3.15 氨水(1+1)。
- 3.16 三氯化铁溶液(10 g/L)：称取 1.0 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)于 50 mL 盐酸(3.6)溶解后，用盐酸(3.6)稀释至 100 mL。
- 3.17 氯化亚锡溶液(100 g/L)：称取 10.0 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，于 50 mL 盐酸(3.6)微热溶解

国家质量技术监督局 2000-08-28 批准

2000-12-01 实施