



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.1—2012
代替 GB/T 4103.1—2000

铅及铅合金化学分析方法 第 1 部分：锡量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 1: Determination of tin 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 1 部分。

本部分代替 GB/T 4103.1—2000《铅及铅合金化学分析方法 锡量的测定》，与 GB/T 4103.1—2000 相比，主要变化如下：

- 取消了邻苯二酚紫分光光度法，新增加了氢化物发生-原子荧光光谱法、苯茚酮分光光度法；
- 测定范围为：氢化物发生-原子荧光光谱法 0.000 2%~0.002%，苯茚酮分光光度法 0.002%~0.50%；
- 方法三补充了铅合金中 $w_{\text{Sn}} \geq 1\%$ 时样品处理方法。

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。

本部分方法一起草单位：北京矿冶研究总院、株洲冶炼集团股份有限公司、河池市南方有色冶炼有限公司。

本部分方法二起草单位：陕西东岭冶炼有限公司、湖南水口山有色金属集团有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分方法三起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、湖南有色金属研究院、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分方法一主要起草人：汤淑芳、于力、刘春峰、宋丹青、曾凌云、蒙英宁、覃玉密。

本部分方法二主要起草人：李雪、周伟、闫惠、夏兵伟、陈海燕、邓志辉、杨林娟、周君玲。

本部分方法三主要起草人：张毅、向德磊、郭军、刘春峰、汤淑芳、曹小玲、庞文林、杨林娟、李改燕。

本部分所代替标准历次版本发布情况为：

- GB/T 4103.1—2000；

GB/T 4103.1—2012

——GB/T 472.6—1984；

——GB/T 4103.1—1983；

——GB/T 4103.2—1983。

铅及铅合金化学分析方法

第 1 部分:锡量的测定

1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅及铅合金中锡含量的测定方法。
本部分适用于铅及铅合金中锡含量的测定。

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 方法一 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、再生铅锭和电解沉积用铅阳极板(纯铅部分)中的锡量测定,测定范围为 0.000 2%~0.005 0%(质量分数)。

4.2 原理

试料经稀硝酸溶解,铅以硫酸铅沉淀形式与锡分离。在硫酸(1+99)介质中,锡被硼氢化钾还原成锡的氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量锡的荧光强度。

4.3 试剂

- 4.3.1 氢氧化钠,优级纯。
4.3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。
4.3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。