

中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.2—2012 代替 GB/T 4103.2—2000

铅及铅合金化学分析方法 第 2 部分:锑量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys— Part 2: Determination of antimony content

2012-12-31 发布 2013-10-01 实施

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: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 GB/T 4103 的第 2 部分。

本部分代替 GB/T 4103. 2—2000《铅及铅合金化学分析方法 锑量测定》,与 GB/T 4103. 2—2000 相比,主要有如下变动:

- ——取消了结晶紫分光光度法,新制定了氢化物发生-原子荧光光谱法、火焰原子吸收光谱法:
- ——测定范围调整为:氢化物发生-原子荧光光谱法 0.000 1%~0.005 0%,火焰原子吸收光谱法 0.005 0%~0.50%;
- ——补充了铅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。

本部分方法一起草单位:北京矿冶研究总院、中金岭南韶关冶炼厂、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法二起草单位:河南豫光金铅股份有限公司、北京矿冶研究总院、中金岭南韶关冶炼厂、 陕西东岭冶炼有限公司。

本部分方法三起草单位:白银有色西北铜加工有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法一主要起草人:冯先进、阮桂色、姜求韬、邓乐章、李杰、奚红杰。

本部分方法二主要起草人:孔建敏、李爱玲、张亚兵、陈殿耿、袁玉霞、顾丽、李雪、马晓燕。

本部分方法三主要起草人:杨桂平、邓予生、任妍利、左鸿毅、柳继红、姜丽。

本部分所代替标准历次版本发布情况为:

GB/T 4103.2—2012

- ——GB/T 4103.2—2000;
- ----GB/T 472.5-1984;
- ----GB/T 4103.3-1983;
- ——GB/T 4103.4—1983。

铅及铅合金化学分析方法 第2部分:锑量的测定

1 范围

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

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、再生铅锭及铅钙合金中锑含量的测定。锑含量的测定范围为 $0.0001\% \sim 0.0050\%$ (质量分数)。

4.2 原理

试料以硝酸或硝酸-酒石酸溶解,在硫脲-抗坏血酸存在下,于盐酸介质中锑被硼氢化钾还原成锑的氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量锑的荧光强度。

4.3 试剂

- **4.3.1** 硝酸(ρ1.42 g/mL),优级纯。
- **4.3.2** 盐酸(ρ1.19 g/mL),优级纯。
- 4.3.3 硝酸(1+2)。