



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.11—2012
代替 GB/T 4103.11—2000

GB/T 4103.11—2012

铅及铅合金化学分析方法 第 11 部分：锌量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 11: Determination of zinc content

中华人民共和国
国家标准
铅及铅合金化学分析方法
第 11 部分：锌量的测定
GB/T 4103.11—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 13 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号：155066·1-47043 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 4103.11—2012

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：铋量的测定；
- 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、铋、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为 GB/T 4103 的第 11 部分。

本部分代替 GB/T 4103.11—2000《铅及铅合金化学分析方法 锌量的测定》，与 GB/T 4103.11—2000 相比，主要有如下变动：

- 补充了含大量铋、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：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、白银有色西北铜加工有限公司、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中金岭南韶关冶炼厂。

本部分主要起草人：李遵义、池凤华、段越、杨桂平、赵义、凌晓洋、李岩、董秀文、邓良平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4103.11—2000；
- GB/T 472.7—1984；
- GB/T 4103.12—1983。

4.6.5.3 试液的测定

上述溶液(4.6.4.1)或(4.6.4.2)于原子吸收光谱仪波长 213.8 nm 处,与测量系列标准溶液的同时,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量试料溶液的吸光度,减去随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的锌浓度。

4.7 分析结果计算

4.7.1 锌的含量以锌的质量分数 w_{Zn} 计,数值以 % 表示,锌的含量在 $w_{Zn} \leq 0.0020\%$ 的铅锭及不含铈、锡铝合金按式(1)计算:

$$w_{Zn} = K \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

K ——100 mL 容量瓶中硫酸铅沉淀对溶液体积的校正系数(试料量 10 g 时为 0.976, $\rho_{PbSO_4} = 6.2$ g/mL);

ρ ——自工作曲线上查得的锌浓度,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)。

4.7.2 锌的含量以锌的质量分数 w_{Zn} 计,数值以 % 表示,其他铅锭及铝合金中的锌含量按式(2)计算:

$$w_{Zn} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的锌浓度,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)。

结果表示至小数点后三位,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 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 重复性限

锌的质量分数/%	0.000 3	0.001 0	0.005 0	0.017	0.061
r /%	0.000 1	0.000 2	0.000 6	0.003	0.004

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 4 数据采用线

铅及铝合金化学分析方法 第 11 部分:锌量的测定

1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅及铝合金中锌量的测定方法。

本部分适用于铅锭及铝合金中锌量的测定。

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。实验所用器皿均用稀硝酸浸泡后,用一级水彻底清洗。

4 方法 火焰原子吸收光谱法

4.1 测定范围

锌含量的测定范围为 0.000 3%~0.050%(质量分数)。

4.2 原理

试料用硝酸分解(当 $w_{Zn} < 0.0020\%$ 时,使铅生成硫酸铅沉淀分离),在硝酸介质中,用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.8 nm 处,测量锌的吸光度。当试料含有大量锡、铈时,加入 EDTA、柠檬酸、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。