



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.1—2012  
代替 GB/T 4103.1—2000

GB/T 4103.1—2012

## 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

中华人民共和国  
国家标准  
铅及铅合金化学分析方法  
第 1 部分：锡量的测定  
GB/T 4103.1—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

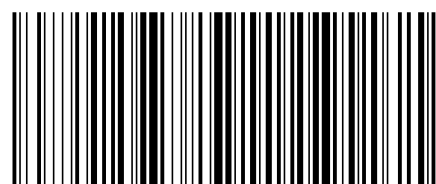
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字  
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47041 定价 18.00 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 4103.1—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

斗,加热煮沸数分钟,待铝片溶解完全后,取下,流水冷却至室温,在冷却过程中随时补充碳酸氢钠饱和溶液,以隔绝空气。

### 6.6.3.2.2 试液滴定

取下盖氏漏斗,向锥形瓶中迅速加入 5 mL 淀粉溶液(6.3.9),立即用碘酸钾标准滴定溶液(6.3.8)滴定溶液恰呈浅蓝色为终点。

## 6.7 分析结果计算

锡的含量以锡的质量分数  $w_{\text{Sn}}$  计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_{\text{Sn}} = \frac{c \cdot (V_3 - V_2) \times 356.1}{1\,000 \times m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$c$  ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_3$  ——滴定时,滴定试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——滴定时,滴定空白试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$  ——试料的质量,单位为克(g);

356.1 ——与 1 mol 碘酸钾标准滴定溶液相当的锡的质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至小数点后两位。

## 6.8 精密度

### 6.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 2 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 10 采用线性内插法求得。

表 10 重复性限

锡的质量分数/%	0.60	1.19	4.92	9.94	15.41
$r$ /%	0.03	0.07	0.15	0.20	0.25

注:重复性限( $r$ )为  $2.8S_r$ ,  $S_r$  为重复性标准差。

### 6.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 3 给出的平均值范围内,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 11 采用线性内插法求得。

表 11 再现性限

锡的质量分数/%	0.60	1.19	4.92	9.94	15.41
$R$ /%	0.05	0.11	0.20	0.25	0.30

注:再现性限( $R$ )为  $2.8S_R$ ,  $S_R$  为再现性标准差。

## 7 试验报告

——试样;

## 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:铊量的测定;
- 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:铈量的测定;
- 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、铊、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: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 472.6—1984；
- GB/T 4103.1—1983；
- GB/T 4103.2—1983。

6.3.9 淀粉溶液(10 g/L):称取 1.0 g 可溶性淀粉于 200 mL 烧杯中,加少许水搅匀,加入 100 mL 沸水,煮沸,冷却。用时现配。

#### 6.4 仪器

- 6.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。
- 6.4.2 盖氏漏斗。

#### 6.5 试样

##### 6.5.1 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。

##### 6.5.2 试料

根据锡含量,按表 9 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 9 称样量

锡的质量分数/%	称样量/g
0.50~4.0	1.00
>4.0~8.0	0.50
>8.0~15.5	0.30

#### 6.6 分析步骤

##### 6.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

##### 6.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 6.6.3 测定

###### 6.6.3.1 试料溶解和样品处理

6.6.3.1.1 样品中的  $w_{\text{Sb}} < 1\%$  时:将试料(6.5.2)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硫酸(6.3.3),加热溶解至冒烟,取下,冷却。小心加入 100 mL 水、80 mL 盐酸(6.3.4)。

6.6.3.1.2 样品中的  $w_{\text{Sb}} \geq 1\%$  时:将试料(6.5.2)置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(6.3.3),加热溶解至冒烟,取下,冷却。小心加入 100 mL 水、80 mL 盐酸(6.3.4)。加入 2 g 还原铁粉(6.3.1),常温下溶解,反应平静后,再加入 1 g 铁粉(6.3.1),反应 5 min,用垫脱脂棉的漏斗过滤于 500 mL 锥形瓶中。用盐酸(6.3.5)洗烧杯、漏斗各 3 次~5 次。

###### 6.6.3.2 试液还原和滴定

###### 6.6.3.2.1 试液还原

在试液中,加入 2 g 细碎的铝片(6.3.2),待剧烈反应平静后,盖上盛有碳酸氢钠饱和溶液的盖氏漏