



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.10—2012  
代替 GB/T 4103.10—2000

GB/T 4103.10—2012

## 铅及铅合金化学分析方法 第 10 部分：银量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—  
Part 10: Determination of silver content

中华人民共和国  
国家标准  
铅及铅合金化学分析方法  
第 10 部分：银量的测定  
GB/T 4103.10—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 0.75 字数 15 千字  
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-47034 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 4103.10—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

### 5.6.3.2 称取金银合粒量

刷净合粒表面粘附物,置于30 mL瓷坩埚中,加入20 mL乙酸(5.3.9),低温加热煮沸2 min,倾出液体,用热水洗涤3次,放在电炉上烤干,取下冷却至室温,称取合粒的质量(精确至0.01 mg)。

### 5.6.3.3 分金

将合粒置于30 mL瓷坩埚中,加入25 mL热硝酸(5.3.10),于低温电热板上近沸溶解,待银完全溶解后,继续加热10 min,取下瓷坩埚,用热水洗涤瓷坩埚及金粒4次。

### 5.6.3.4 称取金粒量

将盛有金粒的瓷坩埚低温烘干后,置于高温电炉灼烧15 min,取下冷却至室温,称取金粒的质量。合粒质量减去金粒的质量即为银的质量。

### 5.6.3.5 银的补正

将粉碎后的灰皿放入耐火粘土坩埚中,加入40 g碳酸钠(5.3.3)、25 g二氧化硅(5.3.1)、25 g硼砂(5.3.2)、150 g氧化铅(5.3.4),并加入3.5 g淀粉(5.3.6),搅拌均匀,覆盖5 mm厚的覆盖剂(5.3.5)。使试金电炉升温至900℃~1000℃,将配好料的耐火粘土坩埚放入炉内,关闭炉门,在40 min内升温至1100℃,保温10 min后出炉,将坩埚内熔融物倒入已烘干并涂有薄层机油的铸铁模中,冷却,将熔渣与铅扣分离,取出铅扣,捶成立方体。以下按分析步骤5.6.3.1~5.6.3.4进行。

## 5.7 分析结果计算

银的含量以银的质量分数 $w_{Ag}$ 计,数值以%表示,银的含量按式(3)计算:

$$w_{Ag} = \frac{(m_1 + m_3 - m_2 - m_4 - m_5) \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);
- $m_1$ ——试料试验中金银合粒的质量,单位为毫克(mg);
- $m_2$ ——试料试验中金的质量,单位为毫克(mg);
- $m_3$ ——补正试验中金银合粒的质量,单位为毫克(mg);
- $m_4$ ——补正试验中金的质量,单位为毫克(mg);
- $m_5$ ——空白中银的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果保留至小数点后四位。

## 5.8 精密度

### 5.8.1 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4数据采用线性内插法求得。

表4 重复性限

银的质量分数/%	0.507 8	0.994 4	1.492 8	1.994 8
$r$ /%	0.008 0	0.010 2	0.012 5	0.015 0

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

## 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10部分。

本部分代替GB/T 4103.10—2000《铅及铅合金化学分析方法 银量的测定》,与GB/T 4103.10—2000相比,主要有如下变动:

- 新增加火试金法测定银量;
- 测定范围由0.000 3%~1.5%扩展至0.000 3%~2.0%,火焰原子吸收光谱法0.000 3%~1.5%调整至0.000 3%~0.50%,火试金法测定范围为>0.50%~2.00%;
- 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:河南豫光金铅股份有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、北京矿冶研究总院、株洲冶炼集团股份有限公司、湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分方法二起草单位:中金岭南韶关冶炼厂、北京矿冶研究总院、株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分方法一主要起草人:孔建敏、张亚兵、李爱玲、张小军、阴东霞、王皓莹、陈潮炎、陈夏兰、陈珂、曾军、曾光明。

本部分方法二主要起草人:卓毓瑞、刘仁杰、纪喜生、陈潮炎、陈殿耿、熊方祥、陈立卿、马晓燕、宁萍莉。

本部分所代替标准历次版本分布情况为:

- GB/T 4103.10—2000;
- GB/T 472.2—1984;
- GB/T 4103.12—1983。

$$w_{Ag} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho$  ——自工作曲线上查得银的质量浓度,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)。

计算结果表示至三位小数,小于0.01%时,表示至四位小数。

#### 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2数据采用线性内插法求得。

表2 重复性限

银的质量分数/%	0.000 3	0.001 3	0.004 5	0.080	0.420
$r$ /%	0.000 1	0.000 2	0.000 4	0.005	0.030

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

##### 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试值,在以下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3数据采用线性内插法求得。

表3 再现性限

银的质量分数/%	0.000 3	0.001 3	0.004 5	0.080	0.420
$R$ /%	0.000 1	0.000 3	0.000 7	0.008	0.035

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

#### 5 方法二 火试金法

##### 5.1 测定范围

本方法适用于电解沉积用铅阳极板中银含量的测定。测定范围为0.50%~2.00%(质量分数)。

##### 5.2 原理

试料经灰吹后,金银与铅分离得到金银合粒。利用金不溶于硝酸的性质使金、银分离。用重量法测定银的含量。

##### 5.3 试剂与材料

5.3.1 二氧化硅:工业纯,粉状。

## 铅及铅合金化学分析方法 第10部分:银量的测定

#### 1 范围

GB/T 4103的本部分规定了铅及铅合金中银含量的测定方法。

本部分适用于铅及铅合金中银含量的测定。

#### 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 火焰原子吸收光谱法

##### 4.1 测定范围

本方法适用于铅及铅合金中银含量的测定。银的测定范围为0.000 3%~0.50%(质量分数)。

##### 4.2 原理

试料用硝酸、酒石酸溶解。在稀硝酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长328.1 nm处测量银的吸光度。

##### 4.3 试剂

4.3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。

4.3.2 硝酸(1+1)。

4.3.3 硝酸(1+3)。

4.3.4 混合酸:称取30 g酒石酸溶于200 mL水中,加入100 mL硝酸(4.3.1)。