

表 2 重复性限

| | | | | |
|----------|---------|-------|-------|-------|
| 硒的质量分数/% | 0.005 0 | 0.018 | 0.045 | 0.060 |
| r /% | 0.001 1 | 0.004 | 0.006 | 0.007 |

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 3 数据采用线性内插法求得:

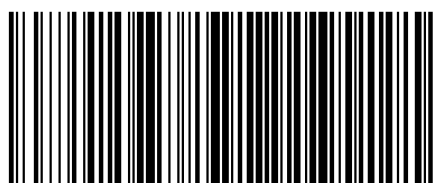
表 3 再现性限

| | | | | |
|----------|---------|-------|-------|-------|
| 硒的质量分数/% | 0.005 0 | 0.018 | 0.045 | 0.060 |
| R /% | 0.001 7 | 0.006 | 0.008 | 0.009 |

注：再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

5 试验报告

- 试样;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。



GB/T 4103.7-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47037

定价: 14.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.7—2012
代替 GB/T 4103.7—2000铅及铅合金化学分析方法
第 7 部分:硒量的测定Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 7: Determination of selenium 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

中华人民共和国
国家标准
铅及铅合金化学分析方法
第7部分：硒量的测定

GB/T 4103.7—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 0.5 字数 10 千字
2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47037 定价 14.00 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

4.6.4 试样溶液的制备

将试料(4.5.2)置于250 mL烧杯中,加入1 g酒石酸(4.3.1)、30 mL硝酸(4.3.4),盖上表面皿,加热至溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物并蒸至有盐类析出,取下,以水洗杯壁和表面皿,控制溶液总体积约50 mL,再微热使盐类溶解,边搅拌边加入5 mL硫酸(4.3.6),加热至沸后,取下冷却。以慢速定量滤纸过滤于100 mL容量瓶中,用水洗涤沉淀5次~8次,以水稀释至刻度,混匀。按表1分取适量溶液于50 mL容量瓶中,加入20 mL盐酸(4.3.3),以水稀释至刻度,混匀。

4.6.5 测定

4.6.5.1 概述

仪器应配有由厂家推荐的硒高性能空心阴极灯,以硼氢化钾为还原剂,盐酸为载流,氩气为屏蔽气和载气测量硒的荧光强度。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立、校标(漂移校正、标准化、重新校准)和硒含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

4.6.5.2 工作曲线的绘制

按仪器的操作条件,以硼氢化钾溶液(4.3.8)为还原剂,盐酸(4.3.7)为载流,氩气为屏蔽气和载气测量标准系列(4.6.3)硒的荧光强度,减去标准系列中零浓度溶液的荧光强度,以硒的质量浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6.5.3 试液的测定

按仪器的操作条件,在与标准溶液测定相同条件下测量试样溶液(4.6.4)的荧光强度,减去随同试样的空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查出相应的硒的质量浓度。

4.7 分析结果计算

硒的含量以硒的质量分数 w_{Se} 计,数值以%表示,硒的含量按式(1)计算:

$$w_{Se} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m \cdot V_3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得硒的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/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)。

计算结果表示到两位有效数字。

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:

4.3.5 硫酸(除硒):取 200 mL 浓硫酸,缓慢加入到 200 mL 水中,再加 30 mL 氢溴酸,混匀,置于电加热板上加热至出现浓白烟,此时体积应为 200 mL。

4.3.6 硫酸(除硒)(1+1)。

4.3.7 盐酸(2+3)。

4.3.8 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 10 g 硼氢化钾溶于 500 mL 氢氧化钾(5 g/L)溶液中,摇匀。用时现配。

4.3.9 硒标准贮存液:称取 0.100 0 g 纯硒($w_{Se} \geq 99.99\%$),置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含硒 100 μg 。

4.3.10 硒标准溶液:移取 2.00 mL 硒标准贮存液(4.3.9)于 200 mL 容量瓶中,加入 80 mL 盐酸(4.3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含硒 1 μg 。

4.3.11 氩气($w_{Ar} \geq 99.99\%$)。

4.4 仪器

4.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

4.4.2 原子荧光光谱仪,附硒高性能空心阴极灯。

4.5 试样

4.5.1 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。

4.5.2 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量及分取体积

| 硒的质量分数/% | 称样量/g | 分取体积/mL |
|---------------|-------|---------|
| 0.005 0~0.010 | 1.00 | 5.00 |
| >0.010~0.060 | 0.50 | 1.00 |

4.6 分析步骤

4.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.6.3 标准溶液的制备

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 硒标准溶液(4.3.10)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.3.3),以水稀释至刻度,混匀。配制浓度为 0 ng/mL、20.0 ng/mL、40.0 ng/mL、60.0 ng/mL、80.0 ng/mL、100.0 ng/mL 硒标准工作溶液,用时现配。

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 7 部分。

本部分代替 GB/T 4103.7—2000《铅及铅合金化学分析方法 硒量的测定》,与 GB/T 4103.7—2000 相比,主要变化如下:

- 取消了示波极谱法,采用氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 测定范围由 0.005 0%~0.10%调整为 0.005 0%~0.06%;
- 补充了铅锑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。

本部分参加起草单位:北京矿冶研究总院、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分主要起草人:陈殿耿、袁玉霞、马丽、李岩、董秀文、肖娟、谢喜清。

本部分所代替标准历次版本发布情况为:

- GB/T 4103.7—2000;
- GB/T 4103.10—1983。