



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.6—2012
代替 GB/T 4103.6—2000

GB/T 4103.6—2012

铅及铅合金化学分析方法 第6部分：砷量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 6: Determination of arsenic content

中华人民共和国
国家标准
铅及铅合金化学分析方法
第6部分：砷量的测定
GB/T 4103.6—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

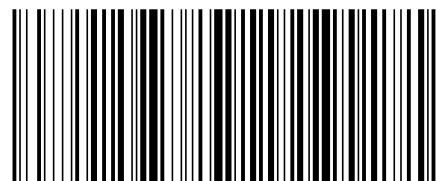
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47038 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 4103.6—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

5.6.4 试样溶液的制备

5.6.4.1 将试料(5.5.2)置于250 mL烧杯中,加入1 g硫酸钾(5.3.1)、10 mL硫酸(5.3.4),加热溶解完全,取下冷却。将试液移入表4所规定体积的容量瓶中,并稀释至刻度,混匀,静置。

5.6.4.2 按表4分取试液后,试液在10 mL以下加水至10 mL左右,若10 mL以上,需蒸发至10 mL左右,取下冷却。用30 mL盐酸(5.3.3)分次淋洗烧杯于125 mL分液漏斗中,加入2 mL还原剂(5.3.13),混匀,放置10 min。以下按5.6.3.2~5.6.3.6进行。

5.6.5 测定

5.6.5.1 概述

仪器波长设定在730 nm处,用3 cm比色皿进行测定。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)和砷含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

5.6.5.2 工作曲线的绘制

将部分标准溶液(5.6.3.6)移入3 cm吸收皿中,以零浓度标准溶液为参比,于分光光度计波长730 nm处测量其吸光度,以砷的质量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制砷的工作曲线。

5.6.5.3 试液的测定

将部分试液(5.6.4)移入3 cm吸收皿中,以随同试料空白为参比,于分光光度计波长730 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的砷的质量。

5.7 分析结果的表述

砷的含量以砷的质量分数 w_{As} 计,数值以%表示,砷的含量按式(2)计算:

$$w_{As} = K \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{V_1 \times m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

K ——50 mL容量瓶中硫酸铅沉淀对溶液体积的校正系数(试料量5.000 0 g时为0.976;2.000 0 g时为0.991;1.000 0 g时为0.995);

m_1 ——从工作曲线上查得的砷量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至二位小数;若砷含量小于0.10%,表示至三位小数;小于0.010%时,表示至四位小数;小于0.001 0%时,表示至五位小数。

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试值,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5数据采用线性内插法求得。

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:铈量的测定;
- 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、铈、锡、铟、铊量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为GB/T 4103的第6部分。

本部分代替GB/T 4103.6—2000《铅及铅合金化学分析方法 砷量的测定》,与GB/T 4103.6—2000相比,主要变化如下:

- 新增加了原子荧光光谱法,测定范围为0.000 1%~0.003 0%;
- 砷铋钼蓝分光光度法测定范围由0.000 30%~0.30%调整为0.000 30%~0.40%;
- 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责任公司。

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、中金岭南韶关冶炼厂、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、陕西东岭冶炼有限公司。

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

本部分方法一主要起草人:冯先进、姜求韬、阮桂色、王军学、程万红、文劫、朱金洪、赵红艳、李遵义、蒙丽娟、车红芳、李杰。

本部分方法二主要起草人:彭新湘、郑丽霞、向德磊、冯先进、高颖剑、黄萍。

本部分所代替标准历次版本发布情况为:

- GB/T 4103.6—2000;
- GB/T 472.4—1984;
- GB/T 4103.9—1983。

性内插法求得。

表 3 再现性限

砷的质量分数/%	0.000 1	0.001 0	0.005
R/%	0.000 1	0.000 3	0.001

注：再现性限(R)为 $2.8S_R$ ， S_R 为再现性标准差。

5 方法二 砷铋钼蓝分光光度法

5.1 测定范围

本方法适用于电解沉积用铅阳极板、硬铅铋合金、特硬铅铋合金、再生纯铅、再生铅合金、电缆护套铅中砷含量的测定，测定范围为0.000 3%~0.40%。

5.2 原理

试料用硫酸溶解，以硫酸铅沉淀的形式将基体分离，在盐酸(3+1)介质中，以苯萃取砷与共存元素分离，反萃砷至水相，加入混合显色剂和抗坏血酸，使其生成砷铋钼蓝络合物，于分光光度计波长730 nm处测其吸光度。

5.3 试剂

- 5.3.1 硫酸钾。
- 5.3.2 苯。
- 5.3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 5.3.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 5.3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 5.3.6 硫酸(1+1)。
- 5.3.7 氨水(1+1)。
- 5.3.8 硫酸(1+9)。
- 5.3.9 盐酸(3+1)。
- 5.3.10 酚酞溶液(2 g/L)。
- 5.3.11 高锰酸钾溶液(20 g/L)。
- 5.3.12 抗坏血酸溶液(20 g/L)，用时现配。
- 5.3.13 还原剂：4 g/L亚硫酸氢钠溶液，与0.4 g/L硫代硫酸钠等体积混合，用时现配。
- 5.3.14 硫酸钾溶液：称取2 g硫酸钾加水溶解，加入40 mL硫酸(5.3.6)，以水稀释至100 mL。
- 5.3.15 混合显色剂：称取30 g钼酸铵溶于300 mL水中，50 g酒石酸钾钠溶于300 mL水中，溶解后两相合并。再称取4 g硝酸铋溶于250 mL硫酸(5.3.6)中，上述溶液合并后，以水稀释至1 000 mL。
- 5.3.16 砷标准贮存溶液：称取0.132 1 g三氧化二砷(基准试剂，预先在硫酸干燥器中干燥24 h)置于300 mL烧杯中，加入10 mL氢氧化钠溶液(50 g/L)使之溶解，滴加2滴酚酞(5.3.10)，以硫酸(5.3.8)中和至无色并过量2 mL，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μ g砷。
- 5.3.17 砷标准溶液：移取50.00 mL砷标准贮存溶液(5.3.16)，置于500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含10 μ g砷。

5.4 仪器

- 5.4.1 分析天平：可精确至0.1 mg。

铅及铅合金化学分析方法 第6部分：砷量的测定

1 范围

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

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 原子荧光光谱法

4.1 测定范围

本方法适用于铅锭、蓄电池板栅铅钙合金中砷含量的测定。砷含量测定范围为0.000 1%~0.003 0%。

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(1+4)介质中砷(Ⅲ)被硼氢化钾还原成砷的氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光谱仪上测量砷的荧光强度。

4.3 试剂

- 4.3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。
- 4.3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。
- 4.3.3 硝酸(1+2)。
- 4.3.4 砷标准贮存溶液：称取1.000 0 g砷($w_{As} \geq 99.99\%$)，置于150 mL烧杯中，加入50 mL硝酸