

ICS 77.120.99
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.10—2000

铅及铅合金化学分析方法 银量的测定

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

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 4103.12—1983《铅基合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银、锌、镁和钠量》中“银量的测定”方法部分、GB/T 472.2—1984《铅锭化学分析方法 新铜试剂-甲基橙萃取光度法测定银量》的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写的规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准的附录 A、附录 B 为提示的附录。

本标准自生效之日起，部分代替 GB/T 4103.12—1983、代替 GB/T 472.2—1984。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由沈阳冶炼厂、白银有色金属公司西北铜加工厂负责起草。

本标准由沈阳冶炼厂起草。

本标准主要起草人：闵剑梅、张 泉。

铅及铅合金化学分析方法
银量的测定

GB/T 4103.10—2000

部分代替 GB/T 4103.12—1983
代替 GB/T 472.2—1984

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

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中银含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中银含量的测定。测定范围:0.000 30%~1.50%。

2 方法提要

试料用硝酸或混合酸溶解。铅合金中银不经分离直接用火焰原子吸收光谱法测其吸光度;铅锭中银在乙酸[$c(\text{CH}_3\text{COOH})=2\text{ mol/L}$]介质中,以巯基棉纤维吸附与主体铅分离,然后用硫氰酸铵溶液洗脱银,最后用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处测其吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$),优级纯。

3.2 硝酸(1+3),优级纯。

3.3 盐酸(1+1),优级纯。

3.4 乙酸[$c(\text{CH}_3\text{COOH})=2\text{ mol/L}$]。

3.5 混合酸:取 30 g 酒石酸溶于 200 mL 水中,再加 100 mL 硝酸(3.1)。

3.6 硫氰酸铵溶液[$c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.5\text{ mol/L}$]。

3.7 硫脲溶液(50 g/L)。

3.8 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.9 银标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属银($>99.95\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(1+2),加热至完全溶解,冷却至室温,移入 500 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.10 银标准溶液:移取 50.00 mL 银标准贮存溶液(3.9)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 银。

3.11 银标准溶液:移取 50.00 mL 银标准溶液(3.10)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 银。

4 仪器和装置

4.1 原子吸收光谱仪,附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于 0.040 $\mu\text{g/mL}$ 。