

ICS 77.120.99
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.4—2000

铅及铅合金化学分析方法 铁量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys
—Determination of iron 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 4103.6—1983《铅基合金化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》、GB/T 472.8—1984《铅锭化学分析方法 邻二氮杂菲分光光度法测定铁量》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 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准自生效之日起，代替 GB/T 4103.6—1983、GB/T 472.8—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。

本标准由白银有色金属公司起草。

本标准主要起草人：韩焕平、贾广化、张月群。

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法 铁量的测定

GB/T 4103.4—2000

代替 GB/T 4103.6—1983
GB/T 472.8—1984

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

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中铁含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中铁含量的测定。测定范围:0.000 30%~0.012%。

2 方法提要

试料用混合酸溶解,加入 Na_2EDTA 络合铅及消除其他元素的干扰,用硫代硫酸钠掩蔽银、硒、碲的干扰用氯化亚锡将其还原成单体过滤除去。在乙酸钠缓冲溶液中,用盐酸羟胺将 3 价铁还原为 2 价铁,使其与 1,10-二氮杂菲生成红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 盐酸(1+2),优级纯。

3.3 盐酸(1+9),优级纯。

3.4 氨水(1+1),优级纯。

3.5 混合酸:称取 30 g 酒石酸溶于 80 mL 硝酸(1+4)中,用硝酸(1+4)稀释至 100 mL,混匀。

3.6 无水乙酸钠溶液(250 g/L)。

3.7 硫代硫酸钠溶液(200 g/L)。

3.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.9 氯化亚锡溶液(200 g/L):称取 20 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 80 mL 盐酸(3.2)中,用盐酸(3.2)稀释至 100 mL,混匀。

3.10 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA ,优级纯)溶液(230 g/L):称取 230 g $\text{Na}_2\text{EDTA}(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot \text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 溶于 600 mL 氢氧化铵(1+5)中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.11 1,10-二氮杂菲($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)乙醇溶液(12.5 m/L)。

3.12 硝酸碲溶液(2 g/L):称取 0.500 g 纯碲置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.13 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铁置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铁 100 μg 铁。

3.14 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(3.13)置于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。