

ICS 77.120.99
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.1—2000

铅及铅合金化学分析方法 锡量的测定

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

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

国家质量技术监督局发布

前　　言

本标准采用两种化学分析方法测定铅及铅合金中的锡含量。其中方法 1 是对 GB/T 4103.2—1983《铅基合金化学分析方法 邻苯二酚紫-十六烷基三甲基溴化铵光度法测定锡量》、GB/T 472.6—1984《铅锭化学分析方法 邻苯二酚紫-溴化十六烷基三甲基铵分光光度法测定锡量》的修订；方法 2 是对 GB/T 4103.1—1983《铅基合金化学分析方法 碘量法测定锡量》的重新确认，只进行编辑性修改。

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 4103.1—1983、GB/T 4103.2—1983、GB/T 472.6—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。

本标准方法 1 由白银有色金属公司西北铜加工厂起草；方法 2 由北京有色金属熔炼厂起草。

本标准方法 1 主要起草人：潘 峰；方法 2 主要起草人：黄美林、李继和。

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法

GB/T 4103. 1—2000

锡量的测定

代替 GB/T 4103. 1—1983
GB/T 4103. 2—1983
GB/T 472. 6—1984

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

方法 1 邻苯二酚紫-溴化十六烷基三甲基铵分光光度法测定锡量

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中锡含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中锡含量的测定。测定范围:0.000 50%~1.00%。

2 方法提要

试料用硝酸和柠檬酸溶解。使铅成硫酸铅沉淀分离。在硝酸-柠檬酸介质中,加入邻苯二酚紫、溴化十六烷基三甲基铵与锡生成络合物,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

- 3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.3 硫酸(1+4)。
- 3.4 硫酸(1+99)。
- 3.5 硝酸(1+2)。
- 3.6 溶样酸:称取 25 g 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)溶解于 100 mL 硝酸(3+7)中。
- 3.7 混合酸:称取 50 g 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$),用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。
- 3.8 乳酸(1+4)。
- 3.9 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)溶液(250 g/L)。
- 3.10 硫脲溶液(20 g/L)。
- 3.11 抗坏血酸溶液(40 g/L)。
- 3.12 邻苯二酚紫溶液(0.18 g/L)。
- 3.13 溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)溶液(0.3 g/L):溶解在热水中,温度低时如有沉淀析出,可加热溶解后继续使用。
- 3.14 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$,即 Na_2EDTA)溶液(37 g/L)。
- 3.15 锡标准贮存溶液:称取 0.250 0 g 纯锡,置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 5 mL 盐酸(1+1),滴加过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)使锡完全溶解,煮沸使过氧化氢分解,冷却。以水洗涤表皿及杯壁,移入 500 mL 容量瓶中,加 20 g 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$),100 mL 硝酸(3.2),混匀,使柠檬酸溶解,以水稀释