

前 言

本标准系首次制定。

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 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：刘国红、张 泉。

美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法 铝量的测定

GB/T 4103.13—2000

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

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中铝含量的测定方法。

本标准适用于铅、铅钙合金、铅锡及铅钙轴承合金中铝含量的测定。测定范围：0.005 0%~0.10%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解，以硫酸铅沉淀的形式将基体铅分离，在盐酸($c(\text{HCL})=0.6 \text{ mol/L}$)介质中，铝与铬天青 S 生成红色络合物，于分光光度计波长 545 nm 处测其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸($\rho 1.19$)。

3.2 盐酸(1+19)。

3.3 硝酸(1+2)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 对硝基酚溶液(1 g/L)。

3.6 氢氧化铵(1+5)。

3.7 抗坏血酸溶液(10 g/L)。

3.8 硫脲溶液(100 g/L)。

3.9 铬天青 S 溶液(1 g/L)：称取 0.100 g 铬天青 S 溶于 100 mL 乙醇(1+1)溶液中。

3.10 六次甲基四胺溶液(400 g/L)，用 pH 计调至 pH6.0。

3.11 铝标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铝(>99.9%)，加入 10 mL 盐酸(3.1)，加热使其溶解。冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铝。

3.12 铝标准溶液：移取 10 mL 铝标准贮存溶液(3.11)，置于 500 mL 容量瓶中，加 5 mL 盐酸(1+1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 铝。

4 仪器

721 型分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。

国家质量技术监督局 2000-08-28 批准

2000-12-01 实施

表 1

铝含量, %	试料量, g	溶液总体积, mL	移取溶液体积, mL
0.005 0~0.030	1.0	100.00	10.00
>0.030~0.050	0.5	200.00	5.00
>0.050~0.10	0.5	200.00	5.00

独立地进行 2 次测定, 取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸, 加热溶解, 取下冷却。用水洗表皿及杯壁, 加入 8 mL 硫酸, 出现沉淀后冷却。

5.3.2 将试液移入表 1 所示容量瓶中, 并稀释至刻度, 混匀。

5.3.3 将试液干过滤后, 按表 1 移取试液于 100 mL 烧杯中, 加热彻底蒸干, 取下, 加 5 mL 盐酸(3.1)。低温加热至约 2 mL 取下。用水洗表皿及杯壁, 加热煮沸取下。

5.3.4 将溶液移入 50 mL 容量瓶中, 控制体积约 15 mL, 滴加 2 滴对硝基酚溶液, 用氢氧化铵调至溶液呈黄色, 再用盐酸(3.2)中和至黄色消失并过量 0.5 mL。加 1.0 mL 抗坏血酸溶液, 2.5 mL 硫脲溶液, 2.5 mL 铬天青 S 溶液, 5.0 mL 六次甲基四胺溶液, 每加一种试剂均需混匀。用水稀释至刻度, 混匀, 放置 10 min。

5.3.5 将部分溶液(5.3.4)移入 1 cm 吸收皿中, 以随同试料的空白试验溶液为参比, 于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铝量。

5.4 工作曲线的绘制 [HTTP://www.macylab.com](http://www.macylab.com) TEL:400-616-4686

5.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00 mL 铝标准溶液, 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 控制体积约 15 mL, 以下按 5.3.4 条进行。

5.4.2 将部分溶液(5.4.1)移入 1 cm 吸收皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度, 以铝量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算铝的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铝量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。若铝含量小于 0.10% 时, 表示至三位小数; 小于 0.010% 时, 表示至四位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铝 含 量	允 许 差
0.005 0~0.010	0.001 5
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.060	0.006
>0.060~0.10	0.010

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686