

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 $\text{Na}_2\text{EDTA}(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 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。

国家质量技术监督局 2000-08-28 批准

2000-12-01 实施

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

5.1.1 纯铅及不含硒碲的铅合金

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铁含量, %	试料量, g	加入 Na ₂ EDTA 溶液, mL
0.000 30~0.003 0	1.0	15
>0.003 0~0.012	0.5	10

5.1.2 含硒、碲铅合金

称取 2.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

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 试料的溶解及分离

5.3.1.1 纯铅及不含硒、碲的铅合金

将试料(5.1.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 混合酸,盖上表皿,低温加热溶解完全,煮沸除去氮的氧化物,以少量水洗涤表皿及烧杯,冷却。移入 50 mL 容量瓶中,按表 1 加入 Na₂EDTA 溶液,混匀。

5.3.1.2 含硒、碲铅合金

将试料(5.1.2)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸,盖上表皿,低温加热溶解完全,煮沸除去氮的氧化物,如有黑色残渣,将溶液蒸至盐类析出。加入 20 mL 水、15 mL 盐酸(3.1),继续加热,煮沸至沉淀凝聚,取下冷至室温,静置。

将上层清液移入 250 mL 烧杯中,用盐酸(3.3)以倾泻法洗涤烧杯和沉淀 4~5 次,弃去沉淀。合并各次的上层清液,缓慢加热蒸至粘稠状,加入 5 mL 盐酸(3.1),蒸至粘稠状,加入 10 mL 硝酸碲溶液、5 mL 盐酸(3.1),再次蒸至粘稠状。

加入 20 mL 盐酸(3.2),加热至盐类溶解,加入 5 mL 氯化亚锡溶液,煮沸至沉淀凝聚,取下冷至室温,用中速定量滤纸过滤,用盐酸(3.3)洗涤烧杯和沉淀 5~6 次,弃去沉淀,滤液收集于 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

移取 10.00 mL 溶液于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL Na₂EDTA 溶液,混匀。

5.3.2 显色

5.3.2.1 用盐酸(3.2)和氨水将溶液的 pH 值调至 6 左右,加入 5 mL 乙酸钠溶液,混匀。

试液中若含有银,加入 2.5 mL 硫代硫酸钠溶液,混匀。

5.3.2.2 加入 2 mL 盐酸羟胺溶液,3 mL 1,10-二氮杂菲溶液,混匀。将溶液置于 40℃±5℃ 水浴中加热 3 min,取下冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 测量

将部分溶液移入 2 cm 或 5 cm 吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 铁量 0.000 30%~0.003 0%的工作曲线

5.4.1.1 移取 0, 0.25, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00 mL 铁标准溶液, 分别置于 50 mL 容量瓶中, 加入 5 mL Na₂EDTA 溶液, 混匀。以下按 5.3.2 条进行。

5.4.1.2 将部分溶液移入 5 cm 吸收皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度, 以铁量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5.4.2 铁量 >0.003 0%~0.012%的工作曲线

5.4.2.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 铁标准溶液, 分别置于 50 mL 容量瓶中, 各加入 5 mL Na₂EDTA 溶液, 混匀。以下按 5.3.2 条进行。

5.4.2.2 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度, 以铁量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算铁的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铁量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至三位小数。若铁含量小于 0.010% 时, 表示至四位小数; 小于 0.001 0% 时, 表示至五位小数。

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

铁 含 量	允 许 差
0.000 30~0.000 60	0.000 20
>0.000 60~0.001 5	0.000 30
>0.001 5~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.006 0	0.000 5
>0.006 0~0.012	0.001 0