

ICS 77.120.99
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.6—2000

铅及铅合金化学分析方法 砷量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys
—Determination of arsenic 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 4103.9—1983《铅基合金化学分析方法 钼蓝光度法测定砷量》、GB/T 472.4—1984《铅锭化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定砷量》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 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 4103.9—1983、GB/T 472.4—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：刘国红、张 泉。

铅及铅合金化学分析方法
砷量的测定

GB/T 4103.6—2000

代替 GB/T 4103.9—1983
GB/T 472.4—1984

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

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中砷含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中砷含量的测定。测定范围:0.000 30%~0.30%。

2 方法提要

试料用硫酸溶解,以硫酸铅沉淀的形式将基体铅分离,铅锭直接显色进行分光光度法测定。铅合金在盐酸[$c(\text{HCl})=9 \text{ mol/L}$]介质中,以苯萃取铅及含量较高的锑、锡,加入混合显示剂和抗坏血酸,使其生成砷铋钼蓝络合物。于分光光度计波长 730 nm 处测其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸钾。

3.2 苯。

3.3 盐酸($\rho 1.19$)。

3.4 硫酸($\rho 1.84$)。

3.5 硝酸($\rho 1.42$)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 氨水(1+1)。

3.8 硫酸(1+9)。

3.9 盐酸(3+1)。

3.10 酚酞溶液(2 g/L)。

3.11 高锰酸钾溶液(20 g/L)。

3.12 抗坏血酸溶液(20 g/L)。

3.13 还原剂:4 g/L 亚硫酸氢钠溶液,与 0.4 g/L 硫代硫酸钠等体积混合。

3.14 硫酸钾溶液:称取 2 g 硫酸钾加水溶解,加入 20 mL 硫酸(3.4),以水稀释至 100 mL。

3.15 混合显色剂:称取 30 g 钼酸铵溶于 300 mL 水中,50 g 酒石酸钾钠溶于 300 mL 水中,溶解后两相合并。再称 4 g 硝酸铋溶于 250 mL 硫酸(3.6)中,上述溶液合并后,以水稀释至 1 000 mL。

3.16 砷标准贮存溶液,称取 0.1 321 g 三氧化二砷(基准试剂)置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠(50 g/L)使之溶解,滴加 2 滴酚酞溶液(3.10),以硫酸(3.6)中和至无色并过量 2 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。

3.17 砷标准溶液:移取 25.00 mL 砷标准贮存溶液(3.16),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,