

ICS 77.120.99
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.4—2000

锡化学分析方法 铅量的测定

Methods for chemical analysis of tin—
Determination of lead content

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准中方法 1“催化示波极谱法测定铅量”是此次修订新增加的低铅量的测定方法,测定范围:0.000 20%~0.015%;方法 2“示波极谱法测定铅量”是对 GB/T 3260.4—1982《锡化学分析方法 示波极谱法测定铅》的重新确认,仅对试料量作了小改动,测定范围调整为: $>0.015\% \sim 0.20\%$ 。

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 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 3260.4—1982。

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。

本标准由云南锡业公司、华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业股份有限公司冶炼分公司起草。

本标准方法 1 主要起草人:殷 刚、杨 俊、李志红。方法 2 主要起草人:许志雄、殷 刚、杨 俊。

中华人民共和国国家标准

锡化学分析方法 铅量的测定

GB/T 3260.4—2000

Methods for chemical analysis of tin—
Determination of lead content

代替 GB/T 3260.4—1982

方法 1 催化示波极谱法测定铅量

1 范围

本标准规定了锡中铅含量的测定方法。

本标准适用于锡中铅含量的测定。测定范围:0.000 20%~0.015%。

2 方法提要

试料用王水溶解,以盐酸-氢溴酸挥发排除大量锡等杂质。在盐酸-柠檬酸铵-抗坏血酸底液中,加入一定量碘化钾溶液与铅生成 PbI_3^- 络阴离子,使其产生一灵敏的吸附催化波,在示波极谱仪阴极化导数部位 -0.52 V(vs. SCE)处进行铅的极谱测定。

3 试剂

3.1 抗坏血酸。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 氢溴酸(ρ 1.49 g/mL)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 氨水(ρ 0.9 g/mL)。

3.6 硫酸(1+4)。

3.7 盐酸(1+1)。

3.8 硝酸(1+3)。

3.9 王水:用1体积硝酸(3.4)与3体积盐酸(3.2)混合。

3.10 盐酸-氢溴酸:用盐酸(3.2)和氢溴酸(3.3)等体积混合配制。

3.11 柠檬酸铵溶液,称取420 g柠檬酸溶于500 mL水中,加150 mL氨水,然后用水稀释至1 000 mL,混匀。

3.12 碘化钾溶液(50 g/L)。

3.13 铅标准贮存溶液:称取0.500 0 g金属铅($\geq 99.99\%$),置于250 mL烧杯中,加20 mL硝酸(3.8),微热使之溶解并蒸发至干,冷却,加水溶解盐类,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.5 mg铅。

3.14 铅标准溶液:移取20.00 mL铅标准贮存溶液,置于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 μ g铅。