|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 77.120.60 |
| CCS  |

|  |
| --- |
| D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png       |

H 13 |

     团体标准

T/XXX      —XXXX

铅铋合金化学分析方法

铅量和铋量的测定

Na2EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of lead - bismuth alloys—

Determination of lead and bismuth content—

Na2EDTA titration method

 - XX -   发布

XXXX - XX - XX实施

河南省有色金属行业协会       发布

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由河南省有色金属行业协会提出并归口。

本文件起草单位：河南豫光金铅股份有限公司、河南豫光锌业有限公司、河南国之信检测检验技术有限公司、河南金利金铅集团有限公司、济源市万洋冶炼（集团）有限公司。

本文件主要起草人：孔建敏、杨杰、朱晓宇、许双宝、范萍萍、赵凯、李凯、刘家钦、刘艳华、颜江平、袁奔驰、李秉彥、闫清艳、苗贤委。

铅铋合金化学分析方法

铅量和铋量的测定

Na2EDTA 滴定法

* 1. 范围

本文件规定了铅铋合金中铅、铋含量的测定方法。

本文件适用于铅铋合金中铅、铋含量的测定。测定范围：Pb 35%～65%；Bi 35%～65%。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

试样经稀硝酸分解，以硝酸和乙酸钠调节pH值为1.0，以二甲酚橙为指示剂，用Na2EDTA标准滴定溶液滴定，测定其铋含量；以硝酸和六次甲基四胺调节pH值为5.5～5.7，用Na2EDTA标准滴定溶液滴定，测定其铅含量。

* 1. 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。

抗坏血酸。

氟化钠。

盐酸（1+1）。

硝酸（1+2）。

乙酸钠饱和溶液。

六次甲基四胺溶液（200 g/L）。

六次甲基四胺饱和溶液。

锌标准溶液：称取0.6 g（精确至0.0001 g）基准氧化锌（$ω\_{ZnO}$≥99.99%,使用前在800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒重，置于干燥器中冷至室温）于300 mL烧杯中，以水润湿，加入6 mL盐酸（5.3），盖上表皿，微热至完全溶解，取下冷却，移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含2.4 mg氧化锌。

乙二胺四乙酸二钠（Na2EDTA）标准滴定溶液（c≈0.02 mol/L）。

配制：称取7.4448 g乙二胺四乙酸二钠（Na2EDTA），加水微热溶解，冷至室温，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，放置三天后标定。

标定：分取25.00 mL锌标准溶液（5.8）四份于一组400 mL烧杯中，加50 mL水，加3滴二甲酚橙溶液（5.10），用六次甲基四胺溶液（5.6）中和溶液至红色，加入0.1 g氟化钠（5.2）、0.1 g抗坏血酸（5.1），用六次甲基四胺溶液（5.6）和盐酸（5.3）调节pH为5.5～5.7(用pH计测量)，用Na2EDTA标准溶液滴定由红色变为亮黄色为终点。随同标定做空白试验。

 按公式（1）计算Na2EDTA标准滴定溶液的实际浓度：

 $c=\frac{ρ∙V\_{1}}{\left(V\_{2}-V\_{0}\right)×M}$ ()

式中：

*c*——Na2EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*⍴*——锌标准溶液浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*V*0——滴定空白溶液消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*1——分取锌标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——滴定试液消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M*——氧化锌的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），数值为81.408。

结果保留四位有效数字，四份标定结果的极差值不大于6×10-5 mol/L时，取其平均值，否则重新标定。

二甲酚橙溶液（2 g/L）。

* 1. 仪器设备

pH计，精度±0.1

* 1. 样品

将试样加工至全部过0.425 mm筛，用磁铁除去加工时带入的铁屑。

* 1. 试验步骤
		1. 试料

称取试样5.00 g，精确至0.0001 g。

* + 1. 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

* + 1. 空白试验

随同试料做空白试验

* + 1. 测定

将试料置于500 mL烧杯中，加150 mL硝酸（5.4），盖上表皿，低温加热至试料溶解完全，煮沸驱尽氮的氧化物，取下冷却至室温，吹洗表皿及杯壁，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

分取25.00 mL试液（8.4.1）于500 mL烧杯中，加水150 mL，用硝酸（5.4）和乙酸钠饱和溶液(5.5)调节pH值为1.0（用pH计测量），加入0.1 g抗坏血酸(5.1)、3滴二甲酚橙溶液（5.10），用Na2EDTA标准滴定溶液(5.9)滴定至红色变为黄色即为铋的终点。

将上述测定完铋的溶液（8.4.2）加入六次甲基四胺饱和溶液（5.7）45 mL，用硝酸（5.4）和六次甲基四胺饱和溶液（5.7）调节pH值为5.5～5.7（用pH计测量）,用Na2EDTA标准滴定溶液(5.9)滴定由红色变为亮黄色为铅的终点。

* 1. 试验数据处理

铋含量以铋的质量分数$ω\_{Bi}$计，数值单位以%表示，按公式（2）计算：

 $ω\_{Bi}=\frac{c∙V\_{5}∙\left(V\_{3}-V\_{4}\right)×M\_{Bi}×10^{-3}}{m∙V\_{6}}×100\%$ (2)

式中：

*c* ——Na2EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*3——滴定试液消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*4——滴定空白溶液消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*5——试液的定容体积，单位为毫升（mL）；

*V*6——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*M*Bi——铋的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）,数值为208.98。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

铅含量以铅的质量分数$ω\_{Pb}$计，数值单位以%表示，按公式（3）计算：

 $ω\_{Pb}=\frac{c∙V\_{5}∙\left(V\_{7}-V\_{8}\right)×M\_{Pb}×10^{-3}}{m∙V\_{6}}×100\%$ (3)

式中：

*c* ——Na2EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*7——滴定试液消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*8——滴定空白溶液消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*5——试液的定容体积，单位为毫升（mL）

*V*6——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*M*Pb——铅的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），数值为207.2。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

* 1. 精密度
		1. 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限ｒ，超过重复性限ｒ的情况不超过5%，重复性限ｒ按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

1. 重复性限

| 铋 | $$ω\_{Bi}/\%$$ | 34.22 | 39.00 | 43.77 | 48.65 | 54.73 | 58.78 | 64.42 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *r*$/\%$ | 0.17 | 0.19 | 0.21 | 0.24 | 0.26 | 0.27 | 0.29 |
| 铅 | $$ω\_{Pb}/\%$$ | 35.42 | 40.99 | 45.27 | 51.14 | 55.94 | 60.85 | 65.68 |
| *r*$/\%$ | 0.15 | 0.20 | 0.21 | 0.23 | 0.25 | 0.26 | 0.31 |

* + 1. 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限R，超过再现性限R的情况不超过5%，再现性限R按表3数据采用线性内插法或者外延法求得。

1. 再现性限

| 铋 | $$ω\_{Bi}/\%$$ | 34.22 | 39.00 | 43.77 | 48.65 | 54.73 | 58.78 | 64.42 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *R*$/\%$ | 0.18 | 0.24 | 0.26 | 0.29 | 0.34 | 0.36 | 0.39 |
| 铅 | $$ω\_{Pb}/\%$$ | 35.42 | 40.99 | 45.27 | 51.14 | 55.94 | 60.85 | 65.68 |
| *R*$/\%$ | 0.22 | 0.25 | 0.27 | 0.29 | 0.32 | 0.35 | 0.40 |

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列内容：

1. 试样；
2. 使用的标准（包括发布或出版年号）；
3. 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
4. 分析结果及其表示；
5. 与基本分析步骤的差异；
6. 测定中观察到的异常现象；
7. 试验日期。

