



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.12—2012  
代替 GB/T 4103.12—2000

---

## 铅及铅合金化学分析方法 第 12 部分：铊量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—  
Part 12: Determination of thallium content

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 4103《铅及铅合金化学分析方法》共分 16 部分：

- 第 1 部分：锡量的测定；
- 第 2 部分：铈量的测定；
- 第 3 部分：铜量的测定；
- 第 4 部分：铁量的测定；
- 第 5 部分：铋量的测定；
- 第 6 部分：砷量的测定；
- 第 7 部分：硒量的测定；
- 第 8 部分：碲量的测定；
- 第 9 部分：钙量的测定；
- 第 10 部分：银量的测定；
- 第 11 部分：锌量的测定；
- 第 12 部分：铊量的测定；
- 第 13 部分：铝量的测定；
- 第 14 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：铜、银、铋、砷、铈、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为 GB/T 4103 的第 12 部分。

本部分代替 GB/T 4103.12—2000《铅及铅合金化学分析方法 铊量的测定》，与 GB/T 4103.12—2000 相比，主要有如下变动：

- 补充了含大量铈、锡的铅合金样品的溶解和处理方法；
- 补充了精密度条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、陕西东岭冶炼有限公司、白银有色西北铜加工有限公司。

本部分起草单位：湖南水口山有色金属集团有限公司、湖南有色金属研究院、株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分主要起草人：曾光明、夏兵伟、陈海燕、庞文林、王晓明、唐秀云、周丽砂。

本部分所代替标准历次版本发布情况为：

- GB/T 472.9—1984；
- GB/T 4103.12—2000。

## 铅及铅合金化学分析方法

### 第 12 部分:铈量的测定

#### 1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅及铅合金中铈含量的测定方法。

本部分适用于铅及铅合金中铈含量的测定。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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(ISO 3696)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(ISO 1042)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(ISO 648)

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原则(ISO 384)

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法(ISO 4787)

#### 3 总则

3.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂;所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内,其性能应达到检定要求的技术参数指标;玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 中规定的 A 级,具体使用方法参照 GB/T 12810 的要求。

#### 4 方法 结晶紫分光光度法

##### 4.1 测定范围

本部分适用于铅及铅合金中铈含量的测定,测定范围为 0.000 2%~0.010%(质量分数)。

##### 4.2 原理

试样用硝酸和盐酸分解,使铅生成氯化铅沉淀分离。结晶紫与铈(Ⅲ)反应生成有色络合物,于盐酸(0.12 mol/L)介质中,用乙酸异戊酯萃取,于分光光度计波长 595 nm 处测量其吸光度。

##### 4.3 试剂

4.3.1 无水硫酸钠。

4.3.2 氯化钠,优级纯。

4.3.3 硫酸钾。

4.3.4 氯化铵。

- 4.3.5 乙酸异戊脂。
- 4.3.6 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 4.3.7 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。
- 4.3.8 过氧化氢(30%)。
- 4.3.9 盐酸(1+9)。
- 4.3.10 硝酸(1+2)。
- 4.3.11 盐酸(1+1)。
- 4.3.12 盐酸(1+4)。
- 4.3.13 盐酸(2+100)。
- 4.3.14 硫酸洗液(5+100)。
- 4.3.15 氨水(1+1)。
- 4.3.16 氯化钠饱和溶液。
- 4.3.17 高锰酸钾溶液(10 g/L)。
- 4.3.18 结晶紫溶液(0.5 g/L)。
- 4.3.19 三氯化铁溶液(50 g/L):称取 5.0 g 三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )于 50 mL 盐酸(4.3.11)溶解后,用盐酸(4.3.11)稀释至 100 mL。
- 4.3.20 铊标准贮存溶液:称取 0.111 7 g 预先在 100 °C~105 °C 烘 1 h 并于干燥器中冷至室温的三氧化铊基准试剂,置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.3.11)溶解,用盐酸(4.3.12)移入 1 000 mL 容量瓶中并稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铊 100  $\mu\text{g}$ 。
- 4.3.21 铊标准溶液:移取 20.00 mL 铊标准贮存溶液(4.3.20)于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(4.3.13)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铊 4  $\mu\text{g}$ 。

4.4 仪器

- 4.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。
- 4.4.2 分光光度计。

4.5 试样

4.5.1 试样要求

铅及铅合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑。

4.5.2 试料

称取试样 1.00 g,精确至 0.000 1 g。

表 1 分取试液体积

铊的质量分数/%	分取试液体积/mL
0.000 2~0.001 0	全量
>0.001 0~0.002 0	50.00
>0.002 0~0.005 0	20.00
>0.005 0~0.010	10.00

## 4.6 分析步骤

### 4.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 4.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 4.6.3 标准溶液的制备

4.6.3.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铊标准溶液(4.3.21)分别置于一组分液漏斗中,用盐酸(4.3.9)稀释至 60 mL。

4.6.3.2 加入 4 滴高锰酸钾溶液(4.3.17),混匀,放置 2 min~3 min,加入 2 滴过氧化氢(4.3.8),高锰酸钾颜色褪去后,加入 10.00 mL 乙酸异戊酯(4.3.5)、1 mL 结晶紫溶液(4.3.18),振荡 1 min,静置分层,弃去水相,将有机相离心 1 min 或加入少许无水硫酸钠(4.3.1)以除去水分。

### 4.6.4 试样溶液的制备

4.6.4.1 将试料(4.5.2)置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 硝酸(4.3.10),5 滴盐酸(4.3.6),低温加热分解,在沸水浴上蒸干。

4.6.4.2 加入 20 mL 盐酸(4.3.9),低温加热溶解盐类,加入 5 mL 氯化钠饱和溶液(4.3.16),用少量盐酸(4.3.9)洗涤表皿及杯壁,流水冷却。用中速定量滤纸过滤,用盐酸(4.3.9)洗涤烧杯及沉淀 7 次~8 次。将滤液移入 125 mL 分液漏斗中[或将滤液移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.3.9)定容,混匀。按表 1 分取试样溶液于 125 mL 分液漏斗中],补加盐酸(4.3.9)至体积为 60 mL。以下按 4.6.3.2 进行。

4.6.4.3  $w_{\text{sb}} > 0.5\%$  的试料处理如下:

4.6.4.3.1 将试料(4.5.2)置于 300 mL 烧杯中,加入 2 g 硫酸钾(4.3.3)、20 mL 硫酸(4.3.7),高温加热至试料完全溶解,移至温度稍低处蒸干,稍冷,吹水至体积约 60 mL,煮沸 5 min,流水冷却 30 min。

4.6.4.3.2 用中速定量滤纸过滤,用硫酸洗液(4.3.14)洗沉淀和烧杯 5 次~6 次。在滤液中加入 8 mL 三氯化铁溶液(4.3.19)、6 g 氯化铵(4.3.4),加热煮沸,取下稍冷,用氨水(4.3.15)调至 pH 5.5~6.5,加热微沸 1 min 取下,静置 10 min。

4.6.4.3.3 用中速定量滤纸过滤,用热氯化铵溶液(10 g/L)洗涤烧杯 2 次/沉淀 4 次,再用热水洗涤烧杯 2 次、沉淀 4 次。

4.6.4.3.4 将滤液移入 250 mL 容量瓶,加入 2.5 mL 盐酸(4.3.9),冷至室温,用水稀释至刻度,摇匀,按表 1 分取试液于 125 mL 分液漏斗中。补加盐酸(4.3.9)使分液漏斗中溶液体积为 60 mL。以下按 4.6.3.2 进行。

### 4.6.5 测定

#### 4.6.5.1 概述

仪器波长设定在 595 nm 处,用 1 cm 比色皿进行测定。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立和铊含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

#### 4.6.5.2 工作曲线的绘制

将部分标准溶液移入 1 cm 吸收皿中,以系列标准溶液中零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 595 nm 处测量其吸光度,以铊的质量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制铊的工作曲线。

4.6.5.3 试液的测定

将部分试液(4.6.4.2)或(4.6.4.3.4)移入 1 cm 吸收皿中,以随同试料空白为参比,于分光光度计波长 595 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铈的质量。

4.7 分析结果计算

4.7.1 铈的含量以铈的质量分数  $w_{Ti}$  计,数值以%表示,铈的含量 $\leq 0.001\ 0\%$ ,按式(1)计算:

$$w_{Ti} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  
 $m_1$ ——从工作曲线上查得的铈量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );  
 $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

4.7.2 铈的含量以铈的质量分数  $w_{Ti}$  计,数值以%表示,铈的含量在 $>0.001\ 0\%$ ,按式(2)计算:

$$w_{Ti} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  
 $m_1$ ——从工作曲线上查得的铈量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );  
 $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);  
 $V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);  
 $V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。  
所得结果表示至小数点后四位。

4.8 精密度

4.8.1 重复性

在重复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求得。

表 2 重复性限

铈的质量分数/%	0.000 3	0.001 0	0.003 0	0.009 9
$r$ /%	0.000 1	0.000 2	0.000 3	0.000 9

注:重复性限( $r$ )为  $2.8S_r$ ,  $S_r$  为重复性标准差。

4.8.2 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求得。

表 3 再现性限

铈的质量分数/%	0.000 3	0.001 0	0.003 0	0.009 9
$R$ /%	0.000 1	0.000 3	0.000 4	0.001 0

注:再现性限( $R$ )为  $2.8S_R$ ,  $S_R$  为再现性标准差。

## 5 试验报告

- 试样；
  - 使用的标准(包括发布或出版年号)；
  - 分析结果及其表示；
  - 与基本分析步骤的差异；
  - 测定中观察到的异常现象；
  - 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铅及铅合金化学分析方法  
第 12 部分:铊量的测定

GB/T 4103.12—2012

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

†

书号: 155066·1-47039 定价 16.00 元



GB/T 4103.12-2012

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107