



中华人民共和国国家标准

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

GB/T 4103.12—2012

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

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
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

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



GB/T 4103.12—2012

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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：铋量的测定；
- 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、铋、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：

- 补充了含大量铋、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。

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 $\leq 0.0010\%$,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(μg);

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 $>0.0010\%$,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(μg);

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。

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 $0.0002\% \sim 0.010\%$ (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。