

前 言

本标准是对 GB/T 472.9—1984《铅铋化学分析方法 结晶紫分光光度法测定铋量》的重新确认，只进行编辑性修改。

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 472.9—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：许明兰、闵剑梅。

美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法 铊量的测定

GB/T 4103.12—2000

代替 GB/T 172.9—1984

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

1 范围

本标准规定了纯铅中铊含量的测定方法。

本标准适用纯铅中铊的测定。测定范围 0.000 30%~0.010%。

2 方法提要

试料用硝酸和盐酸溶解,使铅成氯化铅沉淀分离。结晶紫与铊(Ⅲ)反应生成有色络合物,于盐酸($c(\text{HCl})=0.12 \text{ mol/L}$)介质中,用乙酸异戊酯萃取,有机相于分光光度计波长 595 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 乙酸异戊酯。

3.2 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。

3.3 过氧化氢(30%)。

3.4 盐酸(0.12 mol/L)。

3.5 硝酸(1+2)。

3.6 氯化钠饱和溶液,优级纯。

3.7 高锰酸钾溶液(10 g/L)。

3.8 结晶紫溶液(0.5 g/L)。

3.9 铊标准贮存溶液:称取 0.111 7 g 预先在 100~105℃ 烘 1 h 并于干燥器中冷至室温的三氧化二铊基准试剂,置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1)溶解,用盐酸(1+4)移入 1 000 mL 容量瓶中稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铊。

3.10 铊标准溶液:移取 20.00 mL 铊标准贮存溶液(3.9),置于 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(2+100)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 铊。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

国家质量技术监督局 2000-08-28 批准

2000-12-01 实施

称取 1.000 0 g 试样。

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 50 mL 烧杯中,加入 15 mL 硝酸,5 滴盐酸(3.2),低温加热分解,在沸水浴上蒸干。

5.3.2 加入 20 mL 盐酸(3.4)低温加热溶解盐类,加入 5 mL 氯化钠饱和溶液,用少量盐酸(3.4)洗涤表皿和杯壁,流水冷却。用中速定量滤纸过滤,用盐酸(3.4)洗涤烧杯及沉淀 7~8 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(3.4)稀释至刻度,混匀。按表 1 分取试液于 125 mL 分液漏斗中。补加盐酸(3.4)使分液漏斗中溶液体积为 60 mL。

表 1

铊含量, %	分取试液量, mL
0.000 30~0.001 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

5.3.3 加入 4 滴高锰酸钾溶液,混匀。放置 2~3 min,加入 2 滴过氧化氢,高锰酸钾颜色褪去后,加入 10.00 mL 乙酸异戊酯,1 mL 结晶紫溶液,振荡 1 min,静置分层,弃去水相。将有机相离心 1 min 或加入 1 g 无水硫酸钠以除去水分。

5.3.4 移取部分有机相于 1 cm 吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 595 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的铊量。

5.4 工作曲线绘制

5.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 铊标准溶液(3.10)分别置于一组分液漏斗中,用盐酸(3.4)稀释至 60 mL。以下按 5.3.3 条进行。

5.4.2 移取部分溶液(5.4.1)于 1 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 595 nm 处测量其吸光度。以铊的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算铊的百分含量:

$$Tl(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铊量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至三位小数。若铊含量小于 0.010% 时,表示至四位小数;小于 0.001 0% 时,表示至五位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铊含量	允许差
0.000 30~0.001 0	0.000 20
>0.001 0~0.002 0	0.000 4
>0.002 0~0.005 0	0.000 7
>0.005 0~0.010	0.001 4

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686