

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.4—2010  
代替 YS/T 74.4—1994

---

### 镉化学分析方法 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of cadmium—  
Part 4: Determination of lead content—  
Flame atomic absorption spectrometry

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

---

## 前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法；
- 第 6 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：铊量的测定 结晶紫分光光度法；
- 第 9 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 10 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：砷、铈、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 74.4—1994《镉化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铅量》，本部分与原标准相比，主要变化如下：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款；
- 增加了警告性提示；
- 增加了试验报告条款。

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：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、株洲冶炼集团股份有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分主要起草人：常守森、奚红杰、李霞、顾丽、胡泽慧、蔡军、王芳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 74.4—1994；
- GB/T 2129—1980。

# 镉化学分析方法

## 第4部分：铅量的测定

### 火焰原子吸收光谱法

**警告**——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验，并具备使用原子吸收分光光度计的技能，严格按照原子吸收分光光度计安全操作规程操作。

#### 1 范围

YS/T 74 的本部分规定了镉中铅量的测定方法。

本部分适用于镉中铅量的测定。测定范围：0.000 5%~0.055%。

#### 2 方法原理

试料以硝酸分解，用氢氧化铁作载体，共沉淀分离镉并富集微量铅。在稀硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处测量其吸光度，用标准曲线法求得铅量。铅量 ( $w_{Pb}$ )  $\geq 0.01\%$  的试料，不经共沉淀富集，在稀硝酸介质中直接测定。

#### 3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 硝酸( $\rho 1.42$  g/mL)，优级纯。

3.2 氨水( $\rho 0.90$  g/mL)，优级纯。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 氨水(1+20)。

3.5 硝酸铁溶液：称取 28.9 g 硝酸铁 [ $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ] ( $w_{Pb} \leq 0.000 1\%$ ) 溶于 100 mL 硝酸(1+27)中。此溶液 1 mL 含有 40 mg 铁。

3.6 镉基体溶液：称取 10.00 g 金属镉 ( $w_{Cd} \geq 99.99\%$  且  $w_{Pb} \leq 0.000 1\%$ )，置于 400 mL 烧杯中，分次加入 40 mL 硝酸(3.3)，待剧烈反应后，加热驱除氮的氧化物，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 mg 镉。

3.7 铅标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 表面清洁过的金属铅 ( $w_{Pb} \geq 99.99\%$ ) 置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.3)，在低温处溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铅。

3.8 铅标准溶液：移取 50.00 mL 铅标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含有 100  $\mu$ g 铅。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪，附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者，均可使用：