



# 中华人民共和国国家标准

GB 6730.42—86

---

## 铁矿石化学分析方法 双硫脲光度法测定铅量

Methods for chemical analysis of iron ores  
The dithizone photometric method for  
the determination of lead content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

---

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法  
双硫脲光度法测定铅量

UDC 622.341.1  
: 543.06

GB 6730.42—86

Methods for chemical analysis of iron ores  
The dithizone photometric method for  
the determination of lead content

代替 GB 1381—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铅量的测定。测定范围：0.01%~0.5%。  
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

## 1 方法提要

试样用盐酸、硝酸、高氯酸分解，过滤；残渣以碳酸钠-硼酸熔融，用柠檬酸铵掩蔽铁、铝等金属离子，以氢氧化铵调至 pH 7~9，用双硫脲-三氯甲烷将铅、锌等萃取于有机相，再用稀盐酸反萃取于水相。在柠檬酸铵、盐酸羟胺、氰化钾存在下，调至 pH 8.5~11.0，加双硫脲-三氯甲烷萃取显色。在波长 510nm 处，测量其吸光度，借此测定铅。

## 2 试剂

本标准所用的水均需二次蒸馏水。

- 2.1 混合溶剂：2份无水碳酸钠与1份硼酸研细，混匀。
- 2.2 盐酸 ( $\rho$  1.19g/ml)：优级纯。
- 2.3 盐酸洗液 (1+250)：pH 1.3~1.6，必要时用 pH 计校正。
- 2.4 硝酸 ( $\rho$  1.42g/ml)：优级纯。
- 2.5 高氯酸 ( $\rho$  1.67g/ml)：优级纯。
- 2.6 高氯酸 (1+100)：优级纯。
- 2.7 氢氧化铵 (1+1)：高纯。

氢氧化铵精制方法：将不纯氢氧化铵倒入已洗净的干燥器中，加少许氢氧化钠，将盛有水的塑料烧杯放在瓷板上，盖严干燥器盖，三天后即可使用，塑料烧杯中氢氧化铵的浓度可达 6 mol/l。

- 2.8 氢氧化铵 (1+100)：高纯。
- 2.9 氨性洗液：每 100ml 氢氧化铵 (1+300) 中，加 0.5ml 氰化钾 (2.10)，pH 10.7~10.9，用 pH 计校正，贮于塑料瓶中。
- 2.10 氰化钾溶液 (10%)：贮于塑料瓶中。
- 2.11 柠檬酸铵溶液 (50%)：贮于塑料瓶中。
- 2.12 双硫脲三氯甲烷溶液 (0.1%)：称取 0.1g 精制过的双硫脲溶于 100ml 三氯甲烷中 (可稳定一个月)。

双硫脲的精制方法：取 0.5g 双硫脲置于 500ml 分液漏斗中，加 100ml 三氯甲烷溶解，加入 200ml 氢氧化铵 (2.8)，振荡 1 min，分层后弃去有机相。水相用盐酸酸化，使双硫脲沉淀析出，用定量滤纸过滤，用水洗至无酸性。将沉淀连同滤纸置于干燥器中，干燥后将沉淀贮于棕色瓶中。

- 2.13 双硫脲三氯甲烷溶液 (0.001%)：用三氯甲烷稀释双硫脲三氯甲烷溶液 (2.12)。用时现配。
- 2.14 盐酸羟胺溶液 (10%)：称取 10g 盐酸羟胺溶于约 50ml 水中，用氢氧化铵 (2.7) 调至 pH 7~

国家标准局 1986-08-19 发布

1987-08-01 实施