

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 990.6—2014

冰铜化学分析方法 第 6 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of copper matte—
Part 6: Determination of lead content—
Atomic absorption spectrometry and Na_2EDTA titration method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 990《冰铜化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金量和银量的测定 原子吸收光谱法和火试金法；
- 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧滴定法；
- 第 4 部分：铋量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 7 部分：镉量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和溴酸钾滴定法；
- 第 9 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 10 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法；
- 第 11 部分：镍量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 13 部分：氧化镁量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 15 部分：铈量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钴量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：铅、锌、镍、砷、铋、铈、钙、镁、镉、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 990 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中条山有色金属集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分方法 1 起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分方法 1 参加起草单位：湖南有色金属研究院、杭州富春江冶炼有限公司、白银有色集团股份有限公司、广州有色金属研究院、云南铜业股份有限公司、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中华人民共和国天津出入境检验检疫局、山东祥光铜业有限公司。

本部分方法 2 起草单位：大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分方法 2 参加起草单位：北京矿冶研究总院、株洲冶炼集团股份有限公司、云南铜业股份有限公司、杭州富春江冶炼有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司。

本部分方法 1 主要起草人：叶欣、邵从和、吕茜茜、陈小燕、杨德利、李艳、廖家章、陈化玲、戴凤英、金涛、刘在美、杨金坤、张永中。

本部分方法 2 主要起草人：李玉琴、潘晓玲、王永彬、何梅、范丽新、冯先进、张萍、梁宁宁、唐慧、郑文英、廖家章、高翔、孙福红、侯辉南。

冰铜化学分析方法

第 6 部分：铅量的测定

原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法

1 范围

YS/T 990 的本部分规定了冰铜中铅含量的测定方法。

本部分适用于冰铜中铅含量的测定。方法 1 测定范围：0.20%~5.00%；方法 2 测定范围：5.00%~10.00%。

2 方法 1：原子吸收光谱法

2.1 方法提要

试料经氟化氢铵、盐酸、硝酸和溴分解，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 处测量铅的吸光度。

2.2 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去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

2.2.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.3 硝酸(1+1)。

2.2.4 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。

2.2.5 氟化氢铵(饱和溶液)。

2.2.6 溴。

2.2.7 铅标准贮存溶液：称取 1.250 0 g 金属铅($w_{\text{Pb}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 锥形烧杯中，加 30 mL 硝酸(2.2.3)，盖上表面皿低温溶解完全，加入 25 mL 硝酸(2.2.3)，用水稀释至 500 mL 容量瓶，混匀。此时溶液 1 mL 含 2.5 mg 铅。

2.2.8 铅标准溶液：移取 10 mL 铅标准贮存溶液(2.2.7)于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(2.2.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 250 μg 铅。

2.3 仪器与设备

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：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，铅的特征浓度应不大于 0.048 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度的标准溶液)测量 11 次吸光度，其标准偏差应不超过最高标准溶液吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度的差值之比，应不小于 0.85。