

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 239.7—2010

三硫化二锑化学分析方法 第7部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of antimony trisulfide—
Part 7: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

前 言

YS/T 239《三硫化二锑化学分析方法》共有 7 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：化合硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 3 部分：游离硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 4 部分：王水不溶物的测定 重量法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 7 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分为新增部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位：湖南有色金属研究院、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：姚兴娜、宋应球、杨萍、庞文林、陈宏敏、杨德利。

三硫化二锑化学分析方法

第7部分：铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 239 的本部分规定了三硫化二锑中铅量的测定方法。

本部分适用于三硫化二锑中铅量的测定。测定范围：铅的质量分数 0.002 0%~0.050%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸溶解蒸干后，重复加氢溴酸挥发除锑。在稀盐酸介质中，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。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂和水均指确认的分析纯试剂和三级水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢溴酸(ρ 1.50 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 铅标准贮存溶液

称取 1.000 0 g 铅($w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.5)，微热溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中，补加 20 mL 硝酸(3.5)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铅 1 mg。

3.7 铅标准溶液

移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铅 100 μg 。

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：

——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 0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 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”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之