



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.7—2012
代替 GB/T 3884.7—2000

铜精矿化学分析方法 第 7 部分：铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 7: Determination of lead content—
Na₂EDTA titration method

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金和银量的测定 火焰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：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 8 部分：锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 9 部分：砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法；
- 第 10 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：氟和氯量的测定 离子色谱法；
- 第 13 部分：铜量测定 电解法；
- 第 14 部分：金和银量测定 火试金重量法和原子吸收光谱法。

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。

本部分代替 GB/T 3884.7—2000《铜精矿化学分析方法 铅量的测定》，与 GB/T 3884.7—2000 相比，主要发生了如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度和试验报告条款。

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：大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分参加起草单位：中条山有色金属集团有限公司、北京矿冶研究总院、江西铜业股份有限公司、阳谷祥光铜业有限公司、昆明冶金研究院、湖南郴州市金贵银业股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、云南铜业股份有限公司、湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分主要起草人：邵从和、李琴美、陈小燕、程浩宇、周小凯、张光华、刘春峰、汤淑芳、郭惠、张永中、赵德平、廖小辉、刘春华、曾光明、沈广鑫、刘君侠、龚昌合、范丽汇、段群英、黄菊梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3884.8—1983、GB/T 3884.7—2000。

铜精矿化学分析方法

第7部分：铅量的测定

Na₂EDTA 滴定法

1 范围

GB/T 3884 的本部分规定了铜精矿中铅含量的测定方法。

本部分适用于铜精矿中铅含量的测定。测定范围：Pb>5.00%~13.00%。

2 方法提要

试料用硝酸、硫酸溶解，铅以硫酸铅沉淀与其他干扰元素分离，沉淀溶解于乙酸-乙酸钠缓冲溶液中，以二甲酚橙为指示剂，用 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定，测得铅量。

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去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 抗坏血酸。
- 3.2 无水乙醇。
- 3.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 3.4 盐酸(1+1)。
- 3.5 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。
- 3.6 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。
- 3.7 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。
- 3.8 硝酸(1+1)。
- 3.9 硝酸(1+4)。
- 3.10 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。
- 3.11 硫酸(1+24)。
- 3.12 硫酸(1+49)。
- 3.13 硝硫混酸：在搅拌及冷却下，将 150 mL 硫酸(3.10)缓慢加入到 350 mL 硝酸(3.7)中，冷却后备用。
- 3.14 氨水($\rho=0.90$ g/mL)。
- 3.15 氨水(1+1)。
- 3.16 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 5.5)：将 150 g 无水乙酸钠溶于水中，加入 15 mL 冰乙酸，用水稀释至 1 000 mL，混匀。
- 3.17 硫氰酸钾溶液(50 g/L)。
- 3.18 铅标准溶液：称取 1.000 0 g 纯铅($w_{\text{Pb}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.9)，盖上表皿，置于电热板上，低温加热溶解至完全，煮沸驱除氮氧化物，取下，冷至室温。移入 500 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.8)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铅。
- 3.19 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{EDTA})\approx 0.01$ mol/L]。
 - 3.19.1 配制：称取 3.7 g 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA·2H₂O)于 500 mL 烧杯中，加入 50 mL 热水溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。