

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 556.3—2009
代替 YS/T 556.3—2006

锑精矿化学分析方法 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of antimony concentrates—
Part 3: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 556—2009《锑精矿化学分析方法》共有 16 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 5 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法；
- 第 9 部分：金量的测定 火试金法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：锑、锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：锑等金属量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 556 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 556.3—2006《锑精矿化学分析方法 铅量的测定》(原 GB/T 15080.3—1994)。

与 YS/T 556.3—2006 相比,本部分有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 对表 1 以及工作曲线绘制中的铅标准浓度进行了修改；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：湖南有色金属研究院。

本部分参加起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：庞文林、杨德利、李兵、李四红、吴胜兰、吴少波、宋应球。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15080.3—1994；
- YS/T 556.3—2006。

锑精矿化学分析方法

第3部分：铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 556 的本部分规定了锑精矿中铅量的测定方法。

本部分适用于锑精矿中铅量的测定，测定范围：0.004 0%~1.00%。

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。以标准曲线法求得铅含量。试料中杂质均不干扰测定。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

3.6 铅标准贮存溶液

称取 1.000 0 g 金属铅($w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.4)，微热溶解完全，煮沸 2 min~3 min 驱除氮的氧化物，取下冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，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(3.6)溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.2)，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(AAS)，附铅空芯阴极灯。

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：在与测定样品溶液的基体相一致的溶液中，铅的特征浓度应不大于 0.20 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度：测量最高浓度的标准溶液的吸光度 10 次，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%；
测量最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)的吸光度 10 次，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比，不应小于 0.7。

原子吸收光谱仪的参考工作条件：

——波长 283.3 nm；

- 灯电流 3.0 mA;
——贫燃火焰。

5 试样

5.1 试样粒度应小于 0.100 mm。

5.2 试样应在 100 ℃~105 ℃烘 1 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量及体积

铅的质量分数/%	试料量/g	测定体积/mL
0.004 0~0.010	1.0	25.00
>0.010~0.050	0.50	25.00
>0.050~0.25	0.20	50.00
>0.25~1.00	0.10	100.00

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,以少量水湿润,加入 5 mL 盐酸(3.1),于电热炉上驱除硫化氢,加 10 mL 盐酸(3.1),3 mL 硝酸(3.3),加热蒸干,冷却,加入 1 mL 盐酸(3.1),5 mL 氢溴酸(3.5),摇动片刻,于低温电炉上加热蒸干,挥发除锑。继续加入 5 mL 氢溴酸(3.5)蒸干,冷却,沿杯壁加入 2 mL 盐酸(3.1)再蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.2)微热溶解残渣,吹入约 10 mL 水洗涤杯壁,加热至沸,取下冷却,按表 1 规定的测定体积,将溶液移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:当铅含量>0.050%时,移入 50 mL 容量瓶应补加 2 mL 盐酸(3.2),移入 100 mL 容量瓶应补加 6 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,以水调零,测量试料溶液的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铅浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 铅标准溶液(3.7)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 8 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 在与试料溶液测定相同条件下,测量标准溶液的吸光度。以铅浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算铅的质量分数 w_{Pb} ,数值以%表示:

$$w_{Pb} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的试料溶液的铅浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——自工作曲线上查得的空白溶液的铅浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

当 $0.004 \leq w_{\text{Pb}} < 0.010$ 时,所得结果表示至小数点后第四位;当 $0.010 \leq w_{\text{Pb}} < 0.10$ 时所得结果表示至小数点后第三位;当 $0.10 \leq w_{\text{Pb}} < 1.00$ 时所得结果表示至小数点后第二位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 重复性限

$w_{\text{Pb}}/\%$	0.002 1	0.056	0.41	1.10
$r/\%$	0.000 2	0.005	0.04	0.08

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 再现性限

$w_{\text{Pb}}/\%$	0.002 1	0.056	0.41	1.10
$R/\%$	0.000 4	0.008	0.05	0.20

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
锑精矿化学分析方法
第3部分：铅量的测定
火焰原子吸收光谱法
YS/T 556.3—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

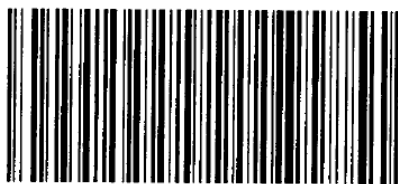
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

*

书号：155066·2-20521 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



YS/T 556.3—2009