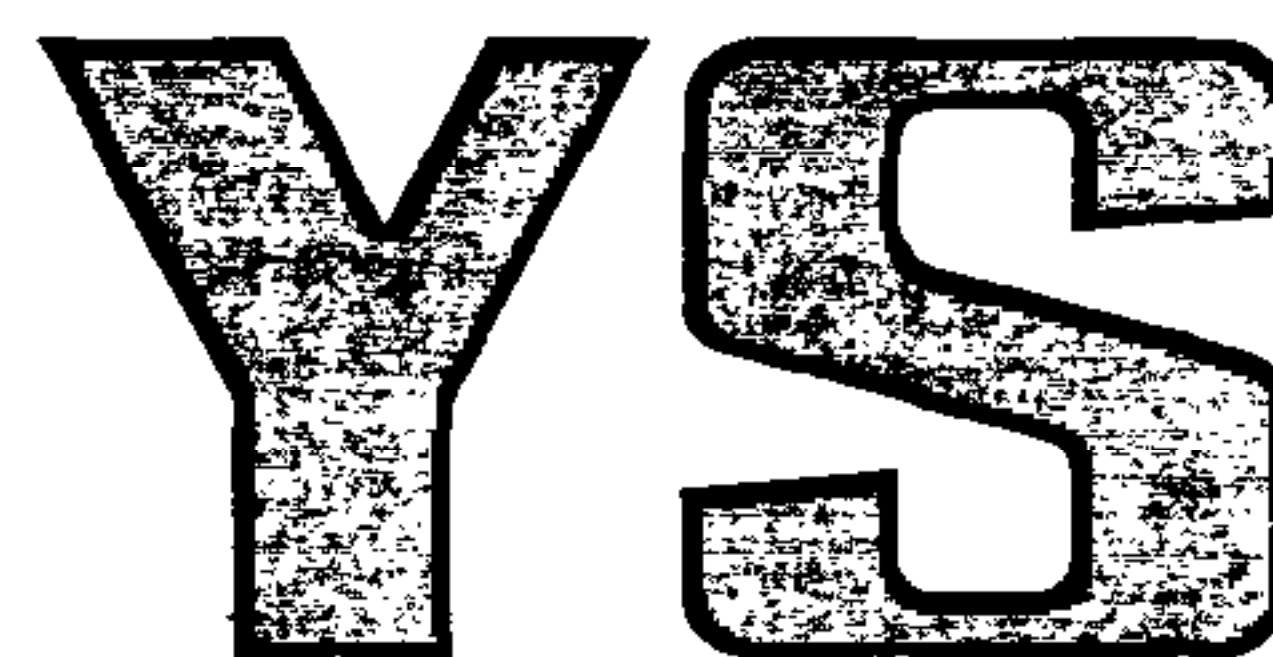




中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 227.3—2010
代替 YS/T 227.3—1994

铋化学分析方法 第3部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of bismuth—
Part 3: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometry

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 227《碲化学分析方法》共有 12 部分。

- 第 1 部分:铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 2 部分:铝量的测定 铬天青 S-溴代十四烷基吡啶胶束增溶分光光度法;
- 第 3 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:铁量的测定 邻菲罗啉分光光度法;
- 第 5 部分:硒量的测定 2,3-二氨基萘分光光度法;
- 第 6 部分:铜量的测定 固液分离-火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 8 部分:镁、钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:碲量的测定 重铬酸钾-硫酸亚铁铵容量法;
- 第 10 部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 11 部分:硅量的测定 正丁醇萃取硅钼蓝分光光度法;
- 第 12 部分:铋、铝、铅、铁、硒、铜、镁、钠、砷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 227.3—1994《碲中铅量的测定(双硫脲-四氯化碳萃取吸光光度法)》。与 YS/T 227.3—1994 相比,本部分主要有如下变动:

- 改变了测定方法,采用火焰原子吸收光谱法;
- 补充了精密度、质量保证和控制条款;
- 补充了“试验报告”要求。

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:株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分起草单位:北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司、四川阿波罗太阳能科技有限公司。

本部分起草人:于力、汤淑芳、刘春峰、陈夏兰、向德磊、严舸。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 227.3—1994;
- GB/T 2139—1980。

碲化学分析方法
第 3 部分：铅量的测定
火焰原子吸收光谱法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 227 的本部分规定了碲中铅量的测定方法。
本部分适用于碲中铅量的测定。测定范围：0.000 5%~0.006 0%。

2 方法原理

试料用盐酸、硝酸溶解，用亚硫酸-抗坏血酸将亚碲酸还原为单质碲，铅与单质碲分离后，于硝酸介质中，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，以标准曲线法计算铅量。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。
- 3.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)，优级纯。
- 3.3 亚硫酸(含二氧化硫不少于 6.0%)。
- 3.4 盐酸(1+1)。
- 3.5 硝酸(1+1)。
- 3.6 抗坏血酸溶液(20 g/L)。
- 3.7 盐酸(2+98)。
- 3.8 铅标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属铅($\geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.5)，低温加热至溶解完全，煮沸，驱除氮的氧化物，取下冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。
- 3.9 铅标准溶液：移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液(3.8)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铅。

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：在与测量样品溶液基体相一致的溶液中，铅的特征浓度应不大于 0.006 μ g/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比，应不小于 0.8。
仪器参考工作条件见表 1。

表 1 仪器参考工作条件

测定波长/nm	灯电流/mA	狭缝宽度/nm	燃烧器高度/mm	气流量/(L/min)	乙炔流量/(L/min)
283.3	4.0	0.7	5	8	2.5

5 试样

样品粒度不大于 0.25 mm。

6 分析步骤

6.1 试料

称取试样 2.00 g，精确至 0.001 g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中，加入 8 mL 盐酸(3.1)、4 mL 硝酸(3.2)，低温加热溶解并蒸至尽干。加入 3 mL 盐酸(3.1)，低温蒸干，重复一次。

6.3.2 冷却后，加入 20 mL 盐酸(3.4)，加热溶解盐类。在不断搅拌下，加入 60 mL 亚硫酸(3.3)，微沸 5 min，取下，加入 5 mL 抗坏血酸溶液(3.6)，搅匀。冷却至室温。

6.3.3 用中速滤纸过滤，并用盐酸(3.7)洗涤烧杯及沉淀各 2 次~3 次，滤液加热至三氧化硫烟冒尽。冷却，加入 1 mL 硝酸(3.5)，加热溶解盐类，冷却后以水定容于 25 mL 容量瓶中，混匀。

6.3.4 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，测量试液吸光度，减去随同试料的空白溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铅浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铅标准溶液(3.9)于一组 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(3.5)，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 与试料测定相同条件下，分别测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液吸光度，以铅浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铅的质量分数 w_{Pb} ，数值以%表示：

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

式中：

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

V ——试液体积，单位为毫升(mL)；

m ——称取试料的质量，单位为克(g)。

所得结果保留两位有效数字。

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获得：

表 2 重复性限

$w_{\text{Pb}}/\%$	0.000 48	0.000 95	0.002 4	0.005 9
$r/\%$	0.000 15	0.000 20	0.000 3	0.000 4

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获得：

表 3 再现性限

$w_{\text{Pb}}/\%$	0.000 48	0.000 95	0.002 4	0.005 9
$R/\%$	0.000 20	0.000 30	0.000 4	0.000 5

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。

10 试验报告

- 试样；
- 使用的标准；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。