

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

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。

铋精矿化学分析方法

第3部分:铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 556 的本部分规定了铋精矿中铅量的测定方法。

本部分适用于铋精矿中铅量的测定,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铋,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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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;