



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.2—93

GB/T 14353.2—93

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 铅的测定

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of lead

中华人民共和国
国家标准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
铅的测定
GB/T 14353.2—93

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.bzcb.com

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 0.75 字数 18 千字
1994年2月第一版 2005年9月第二次印刷

书号: 155066·1-25815 定价 10.00 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



GB/T 14353.2—1993

1993-05-12 发布

1994-02-01 实施

国家技术监督局 发布

B2.9 盐酸(1+1 V+V)。

B2.10 盐酸[$c(\text{HCl})=4 \text{ mol/L}$]。

B2.11 抗坏血酸溶液(2.5% m/V):(现用现配)。

B2.12 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铅(99.99%),置入 250 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 20 mL 硝酸(1+1 V+V),低温加热溶解,冷却,用少量水洗去表皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

B2.13 铅标准溶液:移取 25.00 mL 铅标准贮存溶液(B2.12),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

B2.14 铅标准溶液:移取 25.00 mL 铅标准溶液(B2.13),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铅。

B2.15 717 阴离子交换树脂:将 80~100 目 717 树脂用氢氧化钠(4% m/V)及硝酸(B2.8)浸泡处理除去杂质,用蒸馏水洗至中性,备用。

B2.16 离子交换柱:将已处理好的 717 树脂(B2.15)装入筒形漏斗下接 $\phi 8 \times 100 \text{ mm}$ 的交换柱中,装柱高约 9 cm 左右,控制流速约 1.5 mL/min 左右,用蒸馏水淋洗。漏斗上叠放滤纸,用氢溴酸-溴化钾混合液(B2.7)淋洗平衡。

B3 仪器

B3.1 日本柳本 PE-21 型数字极谱仪,方波极谱部分。

B3.2 银片为参比电极。

B4 分析步骤

B4.1 试料

按表 B1 称取试样:

表 B1

铅量, $\mu\text{g/g}$	试料, g
10~100	0.500 0 \pm 0.000 5
>100~500	0.400 0 \pm 0.000 5
>500~1 000	0.200 0 \pm 0.000 3

B4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

B4.3 测定

B4.3.1 将试料(B4.1)置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(B2.1),盖上表皿,于低温电热板上溶解 20~30 min,洗去表皿,再加入 5 mL 硝酸(B2.2),3 mL 氢氟酸(B2.3),1 mL 高氯酸(B2.4),继续加热溶解,蒸至冒烟尽。加入 2 mL 氢溴酸(B2.5),1 mL 盐酸(B2.1)加热除砷、锑、锡。加入 1 mL 硝酸(B2.2)蒸干,加入 1 mL 盐酸(B2.1)及 5 滴高氯酸(B2.4)蒸至冒烟尽。

B4.3.2 加入 5 滴盐酸(B2.9),盖上表皿,微热溶解干涸物,加入 10 mL 氢溴酸-溴化钾混合液(B2.7),微热,用少量水洗去表皿,冷却后再加入 5 mL 氢溴酸-溴化钾混合液(B2.7)摇匀。将此溶液倾入已准备好的交换柱漏斗(B2.16)上,进行过滤交换,用氢溴酸-溴化钾混合液(B2.7)洗净烧杯及滤纸,弃去滤纸,用 30 mL 热硝酸(B2.8)淋洗吸附在树脂上的铅(每次 10 mL,分 3 次淋洗)。用 50 mL 烧杯承接。加入 10 滴高氯酸(B2.4),蒸至冒烟尽,取下冷却后,再加入 5 滴盐酸(B2.9),蒸馏水吹洗杯壁,低温蒸至近干。

B4.3.3 准确加入 12.5 mL 盐酸(B2.10),盖上表皿微热,再准确加入 12.5 mL 抗坏血酸溶液

中华人民共和国国家标准

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 铅的测定

GB/T 14353.2—93

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of lead

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中铅含量的测定方法。

本标准适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中铅含量的测定。第一篇测定范围:0.1%~10%;第二篇测定范围:1%以上;第三篇测定范围:0.01%~5%。

2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

第一篇 盐酸-氯化钠底液极谱法

3 方法提要

试料经盐酸、硝酸溶解,以盐酸赶去硝酸。铅在盐酸-氯化钠底液中,可以得到良好的极谱波,峰电位约为-0.48 V(对饱和甘汞电极而言)。

4 试剂

4.1 纯铁粉。

4.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.3 硝酸($\rho 1.40 \text{ g/mL}$)。

4.4 盐酸(1+1 V+V)。

4.5 盐酸-氯化钠底液:取 750 mL 盐酸(4.4),加入 250 mL 氯化钠溶液(25% m/V),混匀。

4.6 动物胶溶液(0.5% m/V)。

4.7 铅标准溶液:称取 1.000 0 g 金属铅(99.99%),置入 250 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 20 mL 硝酸(1+1 V+V),低温加热溶解。冷却,用水洗去表皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。

5 仪器

5.1 示波极谱仪。

5.2 笔录式极谱仪。

5.3 参比电极:饱和甘汞电极。

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施

6 分析步骤

6.1 试料 试样粒度应小于 0.097 mm, 装入小瓶, 在 80℃ 烘 2 h, 置于干燥器中备用。

按表 1 称取试样:

表 1

铅量, %	试料, g
0.1~1.0	0.500 0±0.000 5
>1.0~5.0	0.200 0±0.000 3
>5.0~10.0	0.100 0±0.000 3
>10.0	0.100 0±0.000 3

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 100 mL 烧杯中, 加入 10~20 mL 盐酸(4.2), 盖上表皿, 低温加热溶解, 赶去硫化氢后, 再加 3 mL 硝酸(4.3), 继续加热至试料完全溶解, 用少量水洗去表皿, 低温蒸至近干, 加入 5 mL 盐酸(4.4), 再蒸干, 赶尽硝酸(必要时再加盐酸蒸干一次), 取下冷却。

6.3.2 准确加入 20 mL 盐酸-氯化钠底液(4.5), 加热溶解盐类, 用水移入 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 动物胶溶液(4.6), 用水稀释至刻度, 摇匀。

6.3.3 将部分溶液倾入 50 mL 烧杯中, 加约 0.2 g 铁粉(4.1), 间歇摇荡, 20 min 后, 用磁铁吸住杯底铁粉, 倾出部分清液于电解池中, 选择适当的电流倍率, 于起始电位为 -0.30 V 处。用极谱仪导数部分测定, 记录峰电流值。同时进行标准系列的测定。

6.4 工作曲线的绘制

分取 0、0.50、1.00、3.00、5.00……10.00 mL 铅标准溶液(4.7), 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 以下按分析步骤(6.3.2~6.3.3)进行测定。以铅量为横坐标, 峰电流为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算铅的含量:

$$\text{Pb}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 —— 从工作曲线上查得的铅量, mg;

m_0 —— 从工作曲线上查得空白试验(6.2)铅量, mg;

m —— 试料, g。

8 精密度

表 2

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
0.24~7.54	$r = 0.003 7 + 0.022 1 m$	$R = 0.074 5 + 0.050 9 m$

附录 A

标准的有关说明

(参考件)

A1 使用日立 180-80 型塞曼原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A1:

表 A1

波长 nm	灯电流 mA	单色器通带 nm	燃烧器高度 mm	空气压力 MPa	乙炔压力 MPa
283.3	7.5	1.3	7.5	0.16	0.03

A2 在本实验条件下, 分别共存下列含量($\mu\text{g}/\text{mL}$)的元素(离子), 不影响铅的测定: Zn(4 000)、Na、K、Mg、Ca、Sr、Ba、Al、Mo、W、Fe 各(2 000); Mn、Co、Ni、Cu、Si 各(1 000)、Sb、Bi、Ti、Cr、Cd 各(500); Ag(400); As、Hg 各(200); Se、Te 各(60); Li、Be、Zr、V 各(50); Au(40); Pt、Pd 各(20)。

A3 含铁量高、铅量不高的试样, 也可改用 5% 的盐酸介质进行测定。

附录 B

阴离子交换分离——盐酸底液

方波极谱法测定铜矿石中铅

(补充件)

本标准适用于铜矿石中 10~1 000 $\mu\text{g}/\text{g}$ 铅的测定。

B1 方法提要

试料经酸溶分解, 在稀氢溴酸介质中, 铅能形成稳定的络阴离子 $[\text{PbBr}_4]^{2-}$, 应用 717 强碱性阴离子交换树脂能分离干扰元素、富集铅。本方法采用的上柱液为 0.15 mol/L 溴氢酸-0.5% 溴化钾混合液; 淋洗液为热的 10% 硝酸, 淋洗体积为 30 mL。当铜(II)100 mg; 铁(III)50 mg; 锌(II)20 mg; 钨(VI)10 mg; 铋(V)、铋(III)、锡(II)、砷 1 mg; 镉(III)、硒(IV)、镭(II)200 μg ; 金(III)50 μg 存在于测定溶液中时, 经阴离子交换树脂分离, 均不影响测定。少量锡经上柱分离后虽影响不太大, 但仍有正干扰, 可在分解试料时加入盐酸及氢溴酸蒸发, 使锡成四溴化锡挥发除去。

试料经预分离、富集后, 用方波极谱仪在 2 mol/L 盐酸-1.25% 抗坏血酸底液中测定铅, 其峰电位约为 -0.46 V (对银片电极)。

B2 试剂

B2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

B2.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

B2.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

B2.4 高氯酸(ρ 1.75 g/mL)。

B2.5 氢溴酸(ρ 1.39 g/mL~1.48 g/mL)。

B2.6 氢溴酸 [$c(\text{HBr}) = 0.15 \text{ mol/L}$]。

B2.7 氢溴酸(0.15 mol/L)-溴化钾(0.5%)混合液: 称取 0.5 g 溴化钾, 加入 80 mL 氢溴酸(B2.6)溶解, 并稀释至 100 mL, 摇匀。现用现配。

B2.8 硝酸(10% V/V)。