



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.4—2004
代替 GB/T 1823—1979

锡精矿化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Determination of lead content—Flame atomic absorption
spectrometric method and EDTA titrimetric method

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准是对 GB/T 1823—1979《锡精矿中铅量的测定》的修订。采用两种化学分析方法测定锡精矿中的铅量。

本标准方法 1 是对 GB/T 1823—1979《锡精矿中铅量的测定(二、极谱法)》的修订。采用火焰原子吸收光谱法测定铅量。测定范围:0.005%~5.00%。

本标准中方法 2 是对 GB/T 1823—1979《锡精矿中铅量的测定(一、EDTA 容量法)》的重新确认,只进行编辑性修改。测定范围修订为:>5.00%~30.00%。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1823—1979。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司 柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由柳州华锡集团有限责任公司起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、云南省有色地质局 308 队参加起草。

本标准主要起草人:方法 1:林信钊、王伟。方法 2:秦萼、林信钊。

本标准主要验证人:张云、田卫红、顾萍、陶维醇。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1823—1979。

锡精矿化学分析方法

铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法

方法 1 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了锡精矿中铅含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中铅含量的测定。测定范围:0.005%~5.00%。

2 方法原理

试样以盐酸、硝酸分解,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。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 铅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铅(\geq 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(3.4),盖上表皿,低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温。移入 500 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.6 铅标准溶液:移取 25.00 mL 铅标准贮存溶液于 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.4),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:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.12 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 5 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 0.7。

——仪器工作条件见附录 A(资料性附录)。

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.2 试样应在 105 \pm 5 $^{\circ}$ C 烘箱中烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。