

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 775.1—2011

铅阳极泥化学分析方法 第 1 部分：铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of lead anode slime—
Part 1: Determination of lead content—
Na₂EDTA titrimetric method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 775—2011《铅阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 4 部分：铈量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法；
- 第 5 部分：金量和银量的测定 火试金重量法；
- 第 6 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 7 部分：砷、铜和硒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 1 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

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：陕西东岭冶炼有限公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、中冶葫芦岛有色金属集团公司、株洲冶炼集团股份有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分主要起草人：周伟、车红芳、蒙丽娟、刘春峰、汤淑芳、于力、池凤华、李遵义、郭军、黄晓刚、杨林娟。

铅阳极泥化学分析方法

第 1 部分:铅量的测定

Na₂EDTA 滴定法

1 范围

YS/T 775 的本部分规定了铅阳极泥中铅含量的测定方法。

本部分适用于铅阳极泥中铅含量的测定。测定范围为 5.00%~15.00%。

2 方法提要

试料用硝酸、盐酸溶解,在硫酸介质中,用氢溴酸消除砷、锑和锡的干扰,铅生成硫酸铅沉淀与共存元素分离,在 pH 5.5 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,沉淀转化为乙酸铅,加硫脲掩蔽少量铜,抗坏血酸掩蔽少量铁的干扰,以二甲酚橙为指示剂,用 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定由紫色变亮黄色为终点。

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 抗坏血酸。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.5 氢溴酸(ρ 1.38 g/mL)。
- 3.6 硫脲(饱和溶液)。
- 3.7 硫酸(5+95)。
- 3.8 二甲酚橙溶液(5 g/L)。
- 3.9 酒石酸溶液(100 g/L)。
- 3.10 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5):称取 375 g 无水乙酸钠,加水溶解,再加入 50 mL 冰乙酸,用水稀释至 2 000 mL,混匀。
- 3.11 Na₂EDTA 标准滴定溶液(0.02 mol/L)。
 - 3.11.1 配制:称取 7.4 g 乙二胺四乙酸二钠于 300 mL 烧杯中,加水微热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 3 天后标定。
 - 3.11.2 标定:称取四份 0.150 0 g 金属铅($w_{(\text{Pb})} \geq 99.99\%$),精确至 0.000 1 g,分别置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.3)加热至完全溶解,取下稍冷,加入 10 mL 硫酸(3.4),加热至冒烟,取下冷却,以下按 5.4.2 进行。

按式(1)计算 Na₂EDTA 标准滴定溶液的物质的量浓度:

$$c = \frac{m_0}{(V_1 - V_0) \cdot M} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——Na₂EDTA 标准滴定溶液的物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);