

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 240.2—2007
代替 YS/T 240.2—1994
YS/T 240.12—1994

铋精矿化学分析方法 铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法和火焰原子 吸收光谱法

Methods for chemical analysis of bismuth concentrate—
Determination of lead content—

Na_2EDTA titrimetric method and flame atomic absorption spectrometric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 240《铋精矿化学分析方法》共分为 11 个部分：

- YS/T 240.1 铋精矿化学分析方法 铋量的测定 Na₂EDTA 滴定法
 YS/T 240.2 铋精矿化学分析方法 铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法
 YS/T 240.3 铋精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法和重量法
 YS/T 240.4 铋精矿化学分析方法 三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法
 YS/T 240.5 铋精矿化学分析方法 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法
 YS/T 240.6 铋精矿化学分析方法 铁量的测定 重铬酸钾滴定法
 YS/T 240.7 铋精矿化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法
 YS/T 240.8 铋精矿化学分析方法 砷量的测定 DDTc-Ag 分光光度法和萃取-碘滴定法
 YS/T 240.9 铋精矿化学分析方法 铜量的测定 碘量法和火焰原子吸收光谱法
 YS/T 240.10 铋精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法
 YS/T 240.11 铋精矿化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法

本部分为第 2 部分。

本部分代替 YS/T 240.2—1994《铋精矿化学分析方法 EDTA 法测定铅》和 YS/T 240.12—1994《铋精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅、铜》中的铅测定部分。与 YS/T 240.2—1994、YS/T 240.12—1994 相比,本部分主要有如下变动:

——将两个分标准合并为一个标准,分为方法一、方法二;

——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。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司负责起草。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司起草。

本部分由湖南柿竹园有色金属有限责任公司、广州有色金属研究院参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:龙玉瑜、钟勇、张丽萍。

本部分方法 1 主要验证人:王周林、刘天平。

本部分方法 2 主要起草人:程键、何宗蒲、章执中。

本部分方法 2 主要验证人:尹哲、刘天平。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 3258.2—1982、GB/T 3258.12—1982、YS/T 240.2—1994、YS/T 240.12—1994。

铋精矿化学分析方法

铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法

方法 1 Na₂EDTA 滴定法

1 范围

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： $>5.00\% \sim 17.00\%$ 。

注：本部分不适用于含钡的铋精矿中铅量的测定。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解，加硫酸加热至冒烟，于 1.8 mol/L \sim 2.7 mol/L 的硫酸溶液中沉淀铅为硫酸铅，以酒石酸为络合剂，过滤硫酸铅与大部分共存元素分离。硫酸铅沉淀溶于 pH5.8 \sim pH6.0 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液，以二甲酚橙为指示剂，用 Na₂EDTA 标准溶液滴定，测定铅量。

在被滴定溶液中，少量夹杂的铋加巯基乙酸掩蔽，铁加抗坏血酸掩蔽，铜加硫脲掩蔽，试样中的三氧化钨量大于 20 mg 时，应在酸溶试样后过滤除去钨酸沉淀，滤液再加硫酸冒烟。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 氟化铵。

3.1.2 抗坏血酸。

3.1.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.1.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.1.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.1.6 乙酸(36%)。

3.1.7 乙醇(95%)。

3.2 溶液

3.2.1 乙醇(1+4)。

3.2.2 硫酸溶液(5+95)。

3.2.3 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.2.4 巯基乙酸溶液(1+99)。

3.2.5 硝酸-硫酸混合溶液(1+1)。

3.2.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.8 \sim pH6.0)：称取 500 g 无水乙酸钠溶于水中，加入 125 mL 乙酸(3.1.6)，用水稀释至 2 500 mL，混匀。

3.2.7 硫脲饱和溶液。

3.2.8 硝酸(1+2)。

3.3 标准滴定溶液

3.3.1 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液(约 0.01 mol/L)：