



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 248.3—2007
代替 YS/T 248.3—1994
YS/T 248.4—1994

粗铅化学分析方法 锑量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of crude lead—
Determination of antimony content—
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 248《粗铅化学分析方法》共分为 10 个部分：

- YS/T 248.1 粗铅化学分析方法 铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法
 YS/T 248.2 粗铅化学分析方法 锡量的测定 苯基荧光酮分光光度法和碘酸钾滴定法
 YS/T 248.3 粗铅化学分析方法 铈量的测定 火焰原子吸收光谱法
 YS/T 248.4 粗铅化学分析方法 砷量的测定 砷铈钼蓝分光光度法和萃取-碘滴定法
 YS/T 248.5 粗铅化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
 YS/T 248.6 粗铅化学分析方法 金量和银量的测定 火试金法
 YS/T 248.7 粗铅化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法
 YS/T 248.8 粗铅化学分析方法 锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
 YS/T 248.9 粗铅化学分析方法 铋量的测定 火焰原子吸收光谱法
 YS/T 248.10 粗铅化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

本部分为第 3 部分。

本部分代替 YS/T 248.3—1994《粗铅化学分析方法 硫酸铈容量法测定铈量》、YS/T 248.4—1994《粗铅化学分析方法 5-Br-PADAP 光度法测定铈量》。与 YS/T 248.3—1994、YS/T 248.4—1994 相比,本部分主要有如下变动：

——改变测定方法,采用火焰原子吸收光谱法；

——增加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。

本部分由白银有色金属集团有限责任公司、深圳市中金岭南集团有色金属股份有限公司韶关冶炼厂参加起草。

本部分主要起草人：鲁青庆、刘新玲。

本部分主要验证人：孙广燕、吕彦玲、邓志辉。

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：

——YB 739—1970、GB/T 5119.3—1985、GB/T 5119.4—1985、YS/T 248.3—1994、YS/T 248.4—1994。

粗铅化学分析方法

铈量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了粗铅中铈含量的测定方法。

本部分适用于粗铅中铈含量的测定。测定范围:0.1%~4.0%。

2 方法原理

试样用硝酸-酒石酸溶解,于原子吸收光谱仪波长 217.6 nm 处,使用空气-乙炔火焰测量铈的吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.1.2 酒石酸。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(1+3)。

3.2.3 硝酸(2+98)。

3.2.4 酒石酸溶液(100 g/L):称取 100 g 酒石酸溶于水中,稀释至 1 L。

3.2.5 溶样酸:称取 80 g 酒石酸,溶于 1 000 mL 硝酸(3.2.2)中。

3.2.6 铈标准溶液:

称取 0.250 0 g 金属铈(铈的质量分数 \geq 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加 5 g 酒石酸(3.1.2)、30 mL 硝酸(3.2.1),低温溶解完全,加热煮沸驱除氮的氧化物,取下,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸(3.2.2)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 250 μ g 铈。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铈空心阴极灯。

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:在与测量试料溶液基体相一致的溶液中,铈的特征浓度应不大于 0.30 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”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五段,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。

原子吸收光谱仪参考工作条件:波长 217.6 nm,灯电流 3.0 mA,贫燃火焰,在原子化区测定。

5 试样

将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑,用 450 μ m 筛过筛,样品分筛上、筛下分别装袋。加工