

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 445.7—2001

银精矿化学分析方法 铅量的测定

Methods for chemical analysis of silver concentrates—
Determination of lead content

2001-05-21 发布

2001-09-01 实施

中国有色金属工业协会 发布

前 言

本标准为新制定的标准。

本标准遵守：

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 4470—1984 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析法术语

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准铜量的测定、砷量和铋量测定、氧化镁量的测定、铅和锌量的测定方法中的附录 A 为提示的附录，锌量的测定方法中的附录 A 为标准的附录，附录 B 为提示的附录。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所提出并归口。

本标准由大冶有色金属公司、株洲冶炼厂负责起草。

本标准由大冶有色金属公司、株洲冶炼厂、白银有色金属公司、江西铜业公司、沈阳冶炼厂起草。

本标准起草单位和主要起草人见下表：

分标准		起草单位	起草人
金和银量的测定		大冶有色金属公司	王永彬 刘振东 丰从新
铜量的测定	方法一	沈阳冶炼厂	张艳梅 张 泉
	方法二	大冶有色金属公司	朱立中 王 旭 刘振东
砷量和铋量的测定	方法一	大冶有色金属公司	胡军凯 李晓玉 李玉琴
	方法二	大冶有色金属公司	李玉琴 刘振东 胡军凯
三氧化二铝量的测定	方法一	大冶有色金属公司	彭建军 胡军凯 李必雄
	方法二	大冶有色金属公司	李必雄 朱立中 彭建军
硫量的测定	方法一	白银有色金属公司	韩焕平 贾广化 张云峰
	方法二	白银有色金属公司	石镇泰 陶 明 贾广化
氧化镁量的测定		江西铜业公司	陈丽清 钟翠兰 熊建平
铅量的测定	方法一	株洲冶炼厂	刘传仕 刘新玲
	方法二	株洲冶炼厂	刘传仕 刘新玲
锌量的测定		株洲冶炼厂	雷素函 向德磊
铅、锌量的测定		株洲冶炼厂	周耀明 毛先军

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国有色金属行业标准

银精矿化学分析方法 铅量的测定

YS/T 445.7—2001

Methods for chemical analysis of silver concentrates— Determination of lead content

方法一 Na_2EDTA 直接滴定法测定铅量

1 范围

本标准规定了银精矿中铅含量的测定方法。

本标准适用于银精矿中铅含量的测定。测定范围： $>5.00\% \sim 35.00\%$ 。当含钡大于 1% 时，铅量的测定按方法二进行。

2 方法提要

试料用硝酸-氯酸钾溶液溶解，在硫酸介质中铅形成硫酸铅沉淀，过滤，与共存元素分离。硫酸铅以乙酸-乙酸钠缓冲溶液溶解，在 pH 值为 5.0~6.0 时，以二甲酚橙溶液为指示剂，用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为黄色为终点。根据消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积计算铅的含量。

3 试剂

3.1 抗坏血酸。

3.2 氟化铵。

3.3 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.4 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.5 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

3.6 高氯酸($\rho 1.68 \text{ g/mL}$)。

3.7 硝酸(1+1)。

3.8 氨水(1+1)。

3.9 缓冲溶液：375 g 无水乙酸钠溶于水中，加 50 mL 冰乙酸，用水稀释至 2 500 mL，混匀。

3.10 硝酸-氯酸钾溶液：氯酸钾溶于硝酸至饱和状态。

3.11 混合洗液：100 mL 硫酸(2+98)中含 2 mL 过氧化氢。

3.12 巯基乙酸溶液(1%)。

3.13 二甲酚橙溶液(1 g/L)。

3.14 硫氰酸钾溶液(50 g/L)。

3.15 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)标准滴定溶液(0.012 mol/L)。

3.15.1 配制：称取 4.5 g 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)置于 400 mL 烧杯中，加 0.5 g 氢氧化钠，加水微热溶解，冷至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。放置三天后标定。

3.15.2 标定：称取 0.10 g(精确至 0.000 1 g)金属铅($\geq 99.99\%$)，加入 15 mL 硝酸(3.7)低温溶解，并