



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.2—2010
代替 GB/T 14353.2—1993

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第2部分：铅量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—
Part 2: Determination of lead content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量测定；
- 第 2 部分：铅量测定；
- 第 3 部分：锌量测定；
- 第 4 部分：镉量测定；
- 第 5 部分：镍量测定；
- 第 6 部分：钴量测定；
- 第 7 部分：砷量测定；
- 第 8 部分：铋量测定；
- 第 9 部分：钼量测定；
- 第 10 部分：钨量测定；
- 第 11 部分：银量测定；
- 第 12 部分：硫量测定；
- 第 13 部分：镓量、铟量和铊量测定；
- 第 14 部分：锗量测定；
- 第 15 部分：硒量测定；
- 第 16 部分：碲量测定；
- 第 17 部分：铈量测定；
- 第 18 部分：铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为 GB/T 14353 的第 2 部分。

本部分代替 GB/T 14353.2—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 铅的测定》。

本部分与 GB/T 14353.2—1993 相比，主要变化如下：

- 增加了警示、警告内容；
- 修改了试样干燥温度；
- 增加了 EDTA 容量法；
- 删除了原标准第一篇 盐酸-氯化钠底液极谱法和第二篇 钼铬酸铅容量法。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人：郭巨权、熊英、郝辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14353.2—1993。

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

第2部分：铅量测定

警示：使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14353 的本部分规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中铅量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中铅量的测定。

测定范围：火焰原子吸收分光光度法 0.001%~5%的铅，EDTA 容量法 0.50%~20%的铅。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14353 的本部分的引用而成为本部分的条款，凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 火焰原子吸收分光光度法

3.1 原理

试料经王水（或氢氟酸、王水、高氯酸）分解，在硝酸（5+95）介质中（或硝酸-硼酸介质），使用空气-乙炔火焰，于波长 283.3 nm 处，用原子吸收分光光度计测量吸光度，计算铅量。

3.2 试剂

本部分除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)警告：氢氟酸有毒、有腐蚀性，操作时应戴手套，防止与皮肤接触！

3.2.4 王水（盐酸+硝酸=3+1）新鲜配制。

3.2.5 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)警告：易爆品，小心操作！

3.2.6 硝酸(1+1)。

3.2.7 硝酸(5+95)。

3.2.8 硼酸溶液(60 g/L)。

3.2.9 铅标准溶液配制：

- 铅标准储备溶液[$\rho(\text{Pb})=1.00 \text{ mg/mL}$]：称取 1.000 0 g 金属铅($\geq 99.99\%$)，置于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，沿烧杯壁加入 10 mL 硝酸(3.2.6)加热溶解后，用少量水洗去表面皿，移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；
- 铅标准溶液[$\rho(\text{Pb})=20.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$]：分取 20.00 mL 铅标准储备溶液[3.2.9a)]，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.3 仪器

3.3.1 原子吸收分光光度计，配铅元素空心阴极灯。

3.3.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

3.4 试样

3.4.1 按照 GB/T 14505 的相关规定,加工试样的粒径应小于 97 μm 。

3.4.2 试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

根据试样中铅量,按表 1 称取试料,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

铅量/%	试料量/g	分取试液体积/mL
0.01~0.1	0.5	—
>0.1~0.25	0.2	—
>0.25~0.5	0.1	—
>0.5~2.5	0.1	10.00
>2.5~5	0.1	5.00

3.5.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

3.5.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

3.5.4 试料分解

3.5.4.1 一般试料分解:

将试料(3.5.1)置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 20 mL 盐酸(3.2.1),盖上表面皿,于电热板上加热溶解 20 min,加入 5 mL 硝酸(3.2.2),继续加热溶解,待试料溶解后,用少量水洗去表面皿,蒸发至干,加入 5 mL 硝酸(3.2.6),少许水,盖上表面皿,加热溶解盐类,取下,用少量水洗去表面皿,冷却至室温,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,澄清。

3.5.4.2 含硅高试料分解:

将试料(3.5.1)置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氟酸(3.2.3),加盖,放置过夜,移去盖子,加入 10 mL 王水(3.2.4),0.5 mL 高氯酸(3.2.5),加盖,在低温电热板上煮沸 30 min,用少量水洗去盖子,继续在电热板上加热至高氯酸白烟冒尽,取下冷却,加入 5 mL 硝酸(3.2.6),5 mL 硼酸溶液(3.2.8),温热溶解盐类,取下,冷至室温后,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,澄清。

3.5.4.3 定容

根据试料中铅量,按表 1 分取试液,置入 50 mL 容量瓶中,用硝酸(3.2.7)稀释至刻度,摇匀。

3.5.5 校准溶液系列配制

取 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 铅标准溶液[3.2.9b)],分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.2.6)用水稀释至刻度,摇匀。

注:若用氢氟酸、王水、高氯酸溶矿,补加 5 mL 硼酸溶液(3.2.8)。

3.5.6 测定

警告:应按照原子吸收分光光度计的使用规定点燃或熄灭空气-乙炔火焰,以避免可能引起的爆炸危险。

用原子吸收分光光度计,参照仪器工作条件,调整仪器参数至最佳状态。分别测量校准系列溶液和试料溶液的吸光度值,同时进行空白试验溶液和验证试验溶液的测定(参见附录 A)。

3.5.7 校准曲线绘制

以铅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上得到相应的铅量。

3.6 结果计算

铅量以质量分数 $w(\text{Pb})$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Pb}) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上得到试料溶液中的铅量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上得到空白试验溶液中的铅量,单位为微克(μg);
- m ——试料量,单位为克(g)。

计算结果表示为:0.00×、0.××、×.××。

3.7 精密度

火焰原子吸收分光光度法测定铅的精密度见表 2。

表 2 火焰原子吸收分光光度法测定铅的精密度 %

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Pb	0.009~3.99	$r=0.063\ 3m^{0.849\ 9}$	$R=0.023\ 2+0.165\ 7m$
注:精密度数据由 4 家实验室对 4 个水平的试样进行试验确定。			

4 EDTA 容量法

4.1 原理

试料用盐酸、硝酸分解,在硫酸存在下,使铅生成硫酸铅沉淀,与其他元素分离,用乙酸-乙酸钠缓冲液(pH5.4~pH5.9)溶解硫酸铅,以二甲酚橙为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定。

4.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

- 4.2.1 盐酸($\rho 1.19\ \text{g/mL}$)。
- 4.2.2 硝酸($\rho 1.42\ \text{g/mL}$)。
- 4.2.3 无水乙醇。
- 4.2.4 抗坏血酸。
- 4.2.5 硫酸(1+1),警告:不当的稀释易发生危险!
- 4.2.6 硫酸(1+9)。
- 4.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲液(pH5.4~pH5.9):

称取 200 g 乙酸钠溶于水后,加 9 mL 冰乙酸,加水稀释至 1 000 mL。

4.2.8 铅标准溶液[$\rho(\text{Pb})=1.00\ \text{mg/mL}$]:

称取 1.000 0 g 金属铅($\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿烧杯壁加入 10 mL 硝酸(1+1)加热溶解后,用少量水洗去表面皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.2.9 EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.01\ \text{mol/L}$]的配制和标定:

- a) EDTA 标准溶液配制:称取 3.72 g 乙二胺四乙酸二钠盐溶于 1 000 mL 水中。
- b) EDTA 标准溶液标定:分取 20 mL 铅标准溶液(4.2.8)三份,分别置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 乙酸-乙酸钠缓冲液(4.2.7),搅拌,加入 0.1 g 抗坏血酸(4.2.4),加水稀释至 100 mL,搅拌后,加入 3 滴~5 滴二甲酚橙溶液(4.2.10),用 EDTA 标准溶液(4.2.9)滴定至由红色变为亮黄色为终点。取三份溶液数据的算术平均值。并同时进行空白试验。

按式(2)计算 EDTA 标准溶液对铅的滴定度。

$$T = \frac{\rho_B V_B}{V - V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T ——EDTA 标准溶液相对于铅的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ_B ——铅标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_B ——分取铅标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定铅标准溶液所消耗的 EDTA 标准溶液的平均体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗的 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后三位。

4.2.10 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

4.3 仪器

分析天平:三级,感量 0.1 mg。

4.4 试样

4.4.1 按照 GB/T 14505 的相关规定,加工试样的粒径应小于 97 μm 。

4.4.2 试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

根据试样中铅量,称取 0.2 g~0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。

4.5.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

4.5.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

4.5.4 试样分解

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 250 mL 烧杯中,用水润湿,加入 15 mL 盐酸(4.2.1),盖上表面皿,于电热板上加热溶解 20 min,加入 5 mL 硝酸(4.2.2),继续加热溶解,待试料溶解后,用少量水洗去表面皿,蒸发至 5 mL,取下冷却。

4.5.4.2 于烧杯中加入 20 mL 硫酸(4.2.5)加热至冒浓烟,取下冷却。用水冲洗烧杯壁,再加热蒸发至冒浓烟,取下冷却。加入 50 mL 水加热煮沸 2 min,放置 2 h 或放置过夜。

注:低于 1% 的铅量沉淀不完全,在沉淀时加入 10 mL 乙醇(4.2.3),以降低硫酸铅的溶解度,加速沉淀,并放置过夜。

4.5.4.3 用脱脂棉过滤(亦可用定性滤纸过滤),用硫酸(4.2.6)洗涤烧杯和沉淀各 5 次,将沉淀连同滤饼放回原烧杯中,加入 50 mL 乙酸-乙酸钠缓冲液(4.2.7)搅拌加热至沸并保持 5 min 使硫酸铅沉淀完全溶解,取下冷却。

4.5.5 测定

在试液(4.5.4.3)中加入 0.1 g 抗坏血酸(4.2.4)[防止少量铁(III)离子封闭指示剂],加水稀释至 100 mL,搅匀后,加入 3 滴~5 滴二甲酚橙溶液(4.2.10),用 EDTA 标准溶液(4.2.9)滴至由红色变为亮黄色为终点。

4.6 结果计算

铅量以质量分数 $w(\text{Pb})$ 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w(\text{Pb}) = \frac{(V_1 - V_0)T \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——滴定试料溶液所消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验(4.5.2)溶液所消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

T ——EDTA 标准溶液相对于铅的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 m ——试料量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

4.7 精密度

EDTA 容量法测定铅量的精密度见表 3。

表 3 EDTA 容量法测定铅量的精密度 %

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Pb	0.48~22.82	$r=0.041\ 5+0.017m$	$R=0.008\ 5+0.073\ 4m$
注：精密度数据由 7 个实验室对 5 个水平的试样进行试验确定。			

附 录 A
(资料性附录)
仪器参考工作条件及有关说明

A.1 原子吸收分光光度计参考工作条件

原子吸收分光光度计参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 原子吸收分光光度计参考工作条件

波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	燃烧器高度/ mm	空气压力/ MPa	乙炔压力/ MPa
283.3	7.5	1.3	7.5	0.16	0.03

A.2 本部分的有关说明

A.2.1 在本实验条件下,分别共存下列含量的元素(离子),不影响原子吸收分光光度计对铅的测定:
Zn(4 000 $\mu\text{g/mL}$); Na、K、Mg、Ca、Sr、Ba、Al、Mo、W、Fe 各(2 000 $\mu\text{g/mL}$); Mn、Co、Ni、Cu、Si 各
(1 000 $\mu\text{g/mL}$); Sb、Bi、Ti、Cr、Cd 各(500 $\mu\text{g/mL}$); Ag(400 $\mu\text{g/mL}$); As、Hg 各(200 $\mu\text{g/mL}$); Se、Te
各(60 $\mu\text{g/mL}$); Li、Be、Zr、V 各(50 $\mu\text{g/mL}$); Au(40 $\mu\text{g/mL}$); Pt、Pd 各(20 $\mu\text{g/mL}$)。

A.2.2 含铁量高、铅量不高的试样,也可改用在 5%的盐酸介质中进行测定。



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第2部分：铅量测定
GB/T 14353.2—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*

书号：155066·1-41008

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 14353.2—2010