

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 820.13—2012

红土镍矿化学分析方法 第 13 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of laterite nickel ores—
Part 13: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometry

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YS/T 820—2012《红土镍矿化学分析方法》共分为 26 个部分：

- 第 1 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第 3 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 4 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：钙和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法；
- 第 9 部分：钨、钼量的测定 电感耦合等离子体-质谱法；
- 第 10 部分：钙、钴、铜、镁、锰、镍、磷和锌量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法；
- 第 11 部分：氟和氯量的测定 离子色谱法；
- 第 12 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：碳、硫量的测定 高频燃烧红外吸收光谱法；
- 第 17 部分：砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：铝、铬、铁、镁、锰、镍和硅量的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 20 部分：铝量的测定 EDTA 络合滴定法；
- 第 21 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 22 部分：镁量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 23 部分：钴、铁、镍、磷、氧化铝、氧化钙、氧化铬、氧化镁、氧化锰、二氧化硅和二氧化钛量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 24 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 25 部分：化合水量的测定 重量法；
- 第 26 部分：灼烧减量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 820—2012 的第 13 部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准由北京矿冶研究总院、中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局、金川集团有限公司负责起草。

本部分起草单位：中华人民共和国常熟出入境检验检疫局、中华人民共和国南通出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：王慧、许玉宇、王国新、侯晋、刘烽、俞璐、汤淑芳、戴凤英、陈晓东。

红土镍矿化学分析方法

第 13 部分:铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 820 的本部分规定了红土镍矿中铅量的测定方法。

本部分适用于红土镍矿中铅量的测定。测定范围:0.010%~0.50%。

2 方法提要

试料以硝酸、盐酸、氢氟酸、高氯酸溶解。用硝酸溶解盐类,在稀酸介质中,用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,测定铅的吸光度,计算铅量。

3 试剂

除非另有说明外,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 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铅($w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$)于 500 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(3.5),盖上表面皿,低温溶解,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.7 铅标准溶液:移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。

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:在与测量试液基本一致的溶液中,铅的特征浓度应不超过 0.45 $\mu\text{g}/\text{mL} \pm 0.09 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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%;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的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 0.80。