YS/T XXXX.2-201X

**ICS 77.120.60**

**H 13**

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

粗锌化学分析方法

第2部分：铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

The methods for chemical analysis of crude zinc

—Part 2：Determination of lead content

—Flame atomic absorption spectrometric method

(送审稿)

前 言

YS/T XXXX-201X 《粗锌化学分析方法》分为 11个部分：

——第1部分 锌量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第5部分 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第6部分 砷量的测定 原子荧光光谱法；

——第7部分 锑量的测定 原子荧光光谱法；

——第8部分 锡量的测定 原子荧光光谱法；

——第9部分 锗量的测定 苯芴酮分光光度法；

——第10部分铟量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第11部分铅、铁、镉、铜、锡、铝、砷、锑、锗、铟量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为YS/TXXXX-201X的第2部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

本部分起草单位：广东省韶关市质量计量监督检测所、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、[华南理工大学](http://www.scut.edu.cn/new/%22%20%5Ct%20%22_blank)、[国标（北京）](http://www.grinm.com/)检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、广东先导稀材股份有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心、河南豫光金铅股份有限公司、湖南省有色地质测试中心。

本部分主要起草人：

粗锌化学分析方法

第2部分：铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了粗锌中铅量的测定方法。

本部分适用于粗锌中铅量的测定。测定范围：0.0020%～5.00%。

2 方法提要

试样用硝酸-酒石酸分解，在稀硝酸介质中，于原子吸收光谱仪波长216.7nm或283.3nm处，使用空气-乙炔火焰，采用扣除背景的方式测铅的吸光度，用工作曲线计法算铅量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯试剂，所用水均为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1酒石酸

3.2硝酸（ρ1.42g/cm3）

3.3硝酸（1+1）

3.4硝酸（1+49）

3.5硝酸-酒石酸溶液：50g酒石酸溶解于500mL硝酸（3.3）中。

3.6锌溶液（200g/L）：称取20g金属锌（*ω*Zn≥99.99%，*ω*Pb＜0.0002%）于400mL烧杯中，缓慢加入80mL硝酸（3.3），低温加热至溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，移入100mL容量瓶中，用硝酸（3.4）稀释至刻度，混匀。

3.7铅标准贮存溶液：称取金属铅（*ω*Pb≥99.99%）1.000克于250ml烧杯中，加入 25ml硝酸（3.3），盖上表皿加入至溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却至室温。移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1毫升含1000微克铅。

3.8铅标准溶液：准确移取铅标准贮存溶液（3.7）25 ml于250ml容量瓶中，加入10ml硝酸（3.3） ，用水稀释到刻度，混匀。此溶液1毫升含100微克铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪，具备扣背景功能，附铅空心阴极灯。

推荐波长：216.7nm或283.3nm。

在仪器工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，铅的特征质量浓度应不大于0.1µg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量吸光度10次，其标准偏差应不超过其平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液（非“零”浓度标准溶液）测量吸光度10次，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为5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。

5 试样

将试样剪碎至4mm以下，用磁铁除去加工时带入的铁屑，然后过筛至0.450mm筛，筛上筛下分别称重后，备用。

6 分析步骤

6.1试样

按表1（用四分法按筛上、筛下比例）称取试料量，精确至0.0001g。

表1 试料量、分取体积及补加硝酸-酒石酸溶液量

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铅质量分数/% | 试样量/g | 试液总体积/mL | 试液分取体积/mL | 补加硝酸-酒石酸溶液体积（3.5）/mL | 测定试液体积/mL | 测定波长/nm |
| 0.002～0.040 | 2.50 | 250 | ---------- | ----------- | ----------- | 216.7 |
| ＞0.04～0.12 | 2.50 | 250 | ----------- | ------------ | ------------ | 283.3 |
| ＞0.12～1.20 | 2.50 | 250 | 10 | 10 | 100 | 283.3 |
| ＞1.20～5.00 | 2.50 | 250 | 5 | 25 | 250 | 283.3 |

6.2 测定次数

 独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试样（6.1）置于300mL烧杯中，缓慢加入40 mL酒石酸-硝酸溶液（3.5），盖上表面皿；待激烈反应停止后，于电热板低温处继续溶解至溶液清亮；加入5mL水，煮沸溶液1min，取下冷却。将溶液移入250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。按表1分取试液并补加酒石酸-硝酸溶液（3.5），用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 将溶液（6.4.1）按表1于原子吸收光谱仪推荐波长216.7nm或283.3nm处，用空气-乙炔火焰，以水调零，采用扣除背景的方式测量铅的吸光度，测定试液及空白溶液的吸光度，从标准工作曲线上求得铅的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 工作曲线Ⅰ----铅的质量分数为0.0020%～0.040 %

移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL铅标准溶液（3.8），于一组100mL容量瓶中，加入10mL酒石酸-硝酸溶液（3.5），按表1加入相应含量的锌溶液（3.6），以水稀释至刻度，混匀。

6.5.2 工作曲线Ⅱ----铅的质量分数为>0.040 %～5.00 %

移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL铅标准溶液（3.8），分别置于一组50mL容量瓶中，加入5mL酒石酸-硝酸溶液（3.5），按表1加入相应含量的锌溶液（3.6），以水稀释至刻度，混匀。

6.5.3 使用空气-乙炔火焰，将工作曲线Ⅰ的标准溶液于原子吸收光谱仪推荐波长216.7nm，工作曲线Ⅱ的标准溶液标准溶液于原子吸收光谱仪推荐波长283.3nm处，以水调零，采用扣除背景的方式测量铅的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以铅的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，分别绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

 铅含量以铅的质量分数Pb计，数值以%表示，按下式计算：

Pb = 

式中：

*ρ*——自工作曲线上求得的测定试液中铅质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上求得空白溶液中铅质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——试液的分取体积，单位为毫升(mL)；

*V2*——测定试液的体积，单位为毫升(mL)；

*m*——试样的质量，单位为克(g) ；

计算结果表示至小数点后二位有效数字。

 **8** 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wPb*/% | 0.0026  | 0.021  | 0.661  | 1.207  | 2.600  | 4.378  |
| *r/%* | 0.0004  | 0.0024  | 0.0425  | 0.0902  | 0.147  | 0.3264  |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wPb*/% | 0.0026  | 0.021  | 0.661  | 1.207  | 2.600  | 4.378  |
| *R/%* | 0.0005  | 0.0047  | 0.0681  | 0.1314  | 0.239  | 0.374  |

9 验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T xxxx.2-201x）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。