

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.1—20XX

钪化学分析方法
第1部分：铅量的测定

Methods for chemical analysis of hafnium—
Part 1: Determination of lead content

(征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T ××××《钪化学分析方法》拟分为如下部分：

- 第1部分：铅量的测定；
- 第2部分：铀量的测定；
- 第3部分：硼量的测定；
- 第4部分：氯量的测定；
- 第5部分：镉量的测定；
- 第6部分：磷量的测定；
- 第7部分：硅量的测定；
- 第8部分：钠量的测定；
- 第9部分：氢量的测定；
- 第10部分：氧量、氮量的测定；
- 第11部分：碳量的测定；
- 第12部分：痕量杂质元素的测定。

本部分为YS/T ××××的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、核工业二〇三研究所、中国检验认证集团湖南有限公司、瑞士万通中国有限公司。

本部分主要起草人：贾梦琳、×××、×××。

铅化学分析方法

第 1 部分：铅量的测定

1 范围

YS/T ××××的本部分规定了铅中铅含量的测定方法。

本部分适用于铅中铅含量的测定。测定范围：0.0005 % ~ 0.030 %。

2 原理

试料用氢氟酸-硝酸溶解。用柠檬酸三铵掩蔽铅，在pH 9~10的氨性介质中，用双硫脲-三氯甲烷萃取铅。在稀盐酸底液中用示波极谱仪测定铅含量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

3.1 氨水 (ρ 0.90 g/mL)。

3.2 氢氟酸 (ρ 1.13 g/mL)。

3.3 硝酸 (ρ 1.42 g/mL)。

3.4 高氯酸 (ρ 1.68 g/mL)。

3.5 盐酸 (1+9)。

3.6 柠檬酸三铵溶液 (300 g/L)：称取150 g 柠檬酸三铵溶于约300 mL 水中，加入100 mL 饱和硼酸溶液，用水稀释至500 mL，混匀。

3.7 双硫脲-三氯甲烷萃取剂 (0.5 g/L)：称取2.5 g 双硫脲溶于约400 mL 三氯甲烷中，移入1000 mL 分液漏斗中。加入200 mL 氨水 (1+9)，振荡3 min。分层后将有机相放入另一个分液漏斗中，水相放入500 mL 烧杯中保留。有机相中再加入200 mL 氨水 (1+9) 提取一次，弃去有机相。合并水相，用脱脂棉滤去不溶物。滴加盐酸 (ρ 1.19 g/mL) 使水相酸化，双硫脲沉淀完全后移入分液漏斗中。分二次共加入500 mL 三氯甲烷振荡提取，使双硫脲溶于有机相。合并有机相，用500 mL 水振荡洗涤一次，有机相于棕色瓶中密封保存。此有机相1 L 含5 g 双硫脲。用时以三氯甲烷稀释至0.5 g/L。

3.8 柠檬酸铵-氨水洗涤液：称取3.0 g 柠檬酸三铵于150 mL 烧杯中，加入50 mL 水，1 mL 氨水 (3.1)，移入100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.9 铅标准贮存溶液：称取0.1000 g 金属铅 ($w_{Pb} \geq 99.99\%$) 于150 mL 烧杯中，加入20 mL 硝酸 (1+2)，加热溶解，冷却至室温，移入1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含100 μ g 铅。

3.10 铅标准溶液：移取50.00 mL 铅标准贮存溶液 (3.9) 于500 mL 容量瓶中，加入10 mL 硝酸 (1+2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含10 μ g 铅。

3.11 氮气 (体积分数 $\geq 99.99\%$)。

4 仪器设备

示波极谱仪：附滴汞电极、汞池阳极或三电极体系；仪器的检测下限对 Cd^{2+} 不大于 1×10^{-7} mol/L，分辨率不大于35 mV。

5 样品

将样品加工成长度不大于 5mm 的碎屑。

6 试验步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 样品 (5)，精确至 0.0001 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 分析试液的制备

6.4.1 将试料 (6.1) 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，以 5 mL 水润湿。加入 2 mL 氢氟酸 (3.2)，0.5 mL 硝酸 (3.3)，低温加热至试料溶解完全。冷却后加入 5 mL 柠檬酸三铵溶液 (3.6)，用水稀释至约 40 mL 体积，用氨水 (3.1) 调节 pH 9~10。

6.4.2 将溶液移入 100 mL 分液漏斗中，加入 10 mL 双硫脲-三氯甲烷萃取剂 (3.7)，振荡 3 min。静置分层，将有机相放入另一个分液漏斗中，再向水相中加入 10 mL 双硫脲-三氯甲烷萃取剂 (3.7)，重复萃取一次 (如果试料含杂质量较高，需重复萃取操作，直到萃取后有机相绿色保持不变为止)。合并有机相，弃去水相。

6.4.3 加入相当于有机相体积 1.5 倍的柠檬酸三铵-氨水洗涤液 (3.8)，振荡洗涤 1 min，静置分层。将有机相放入干燥的 50 mL 烧杯中。

6.4.4 将有机相低温加热蒸干。加入 4 mL 高氯酸 (3.4)，加热冒烟并蒸至近干。冷却后加入 2.00 mL 盐酸 (3.5) 溶解盐类 (如溶液混浊可置于 50 °C ~ 60 °C 水浴中放置 1 min，使溶液澄清)。

6.5 工作曲线的配制

6.5.1 曲线 1 (铅的质量分数为 0.0005 % ~ 0.0080 %)：移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 铅标准溶液 (3.10)，置于一组 50 mL 烧杯中，加热冒烟并蒸至近干。各加入 2 mL 高氯酸 (3.4)，加热冒烟并蒸至近干。冷却后加入 2.00 mL 盐酸 (3.5) 溶解盐类，混匀。

6.5.2 曲线 2 (铅的质量分数为 >0.0080 % ~ 0.030 %)：移取 0 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.90 mL、1.20 mL、1.50 mL 铅标准贮存溶液 (3.9)，置于一组 50 mL 烧杯中，加热冒烟并蒸至近干。各加入 2 mL 高氯酸 (3.4)，加热冒烟并蒸至近干。冷却后加入 2.00 mL 盐酸 (3.5) 溶解盐类，混匀。

6.6 测定

将工作曲线溶液倒入预先加汞的电解池中，通氮气 (3.11) 5 min。使用示波极谱仪进行阴极化扫描，起始电位 -0.20 V。以适当的电流倍率测量铅的一次导数波高，减去工作曲线中零浓度溶液的波高，以铅量为横坐标，波高为纵坐标，绘制工作曲线。当工作曲线线性相关系数 ≥ 0.999 时，进行分析试液 (6.4.4) 的测定，减去随同试料空白试验溶液的波高，从工作曲线上查得相应的铅量。

7 试验数据处理

铅含量以铅的质量分数 w_{Pb} 计，按式 (1) 计算：

$$w_{Pb} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得的铅量，单位为微克 (μg)；

m_0 ——试料的质量，单位为克 (g)。

当计算结果 $< 0.010\%$ 时，保留至小数点后四位；当计算结果 $\geq 0.010\%$ ，保留两位有效数字。

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，在表 1 给出的平均值范围内，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) 情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

铅的质量分数/%	0.0010	0.0060	0.012	0.026
重复性限/%				

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，在表 2 给出的平均值范围内，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) 情况不超过 5%。再现性限 (R) 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

铅的质量分数/%	0.0010	0.0060	0.012	0.026
再现性限/%				

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。