

中华人民共和国国家标准

铅 精 矿 化 学 分 析 方 法

Na₂EDTA 容量法测定铅量

UDC 622.344.1
:543.06

GB 8152.1—87

Methods for chemical analysis of
lead concentrates

The Na₂EDTA volumetric method for the
determination of lead content

本标准适用于铅精矿中铅量的测定。测定范围：35%~80%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用氯酸钾饱和的硝酸分解，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。以二甲酚橙为指示剂，于pH 5~6用Na₂EDTA标准溶液滴定。由消耗的Na₂EDTA标准溶液体积计算铅量。

最终被测试液中，少量铋加巯基乙酸掩蔽；铁的干扰加抗坏血酸消除。少数铅精矿中铋量超过铅量十分之一时，按附录A（补充件）进行。

2 试剂

2.1 抗坏血酸。

2.2 氟化铵。

2.3 硝酸（1+1）。

2.4 硫酸（ ρ 1.84g/ml）。

2.5 硫酸（2+98）。

2.6 缓冲溶液（pH5.5）：将375g无水乙酸钠溶于水中，加入50ml冰乙酸，用水稀释至2500ml，混匀。

2.7 氯酸钾饱和的硝酸。

2.8 巯基乙酸（1+99）。

2.9 混合洗涤液：100ml硫酸（2.5）中加2ml过氧化氢。

2.10 二甲酚橙指示剂（0.1%）。限两周内使用。

2.11 乙二胺四乙酸二钠（Na₂EDTA）标准溶液[C(C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂·2H₂O)≈0.02000mol/L]：称取8g Na₂EDTA于300ml烧杯中，加水微热溶解，冷却至室温。移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

标定：称取三份0.2000g金属铅（99.99%）分别置于300ml烧杯中，加入20ml硝酸（2.3），加热至完全溶解。取下稍冷，加入10ml硫酸（2.4），加热至冒烟取下，冷却。以下按分析步骤4.2.3~4.2.6款进行。

按下式计算Na₂EDTA标准溶液对铅的滴定度：

$$T = \frac{m_1}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——Na₂EDTA 标准溶液对铅的滴定度，g/ml；

m_1 ——称取铅量，g；

V_1 ——滴定时所消耗Na₂EDTA 标准溶液的体积，ml。

取三份标定结果的平均值。三份标定结果的极差应不大于0.000010g/ml。

3 试样

3.1 试样粒度小于0.100mm。

3.2 试样在100~105℃烘1h，置于干燥器中冷至室温。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取0.3000g试样。

4.2 测定

4.2.1 将试样(4.1)置于300ml烧杯中，用少量水润湿。加入15ml 氯酸钾饱和的硝酸(2.7)，盖上表皿，置于电热板上加热溶解〔若试样中硅量大于20mg，加入0.5g 氟化铵(2.2)〕，待试样完全溶解，取下稍冷。

4.2.2 加入10ml 硫酸(2.4)，继续加热至冒浓烟约2min，取下冷却(若试样中钡量超过铅量十分之一，按附录A进行)。

4.2.3 用水吹洗表皿及杯壁，加水至50ml，加热煮沸10min，冷却至室温，放置1h。

4.2.4 用慢速定量滤纸过滤。用硫酸(2.5)洗涤烧杯两次、沉淀四次，〔如含锰高，可用混合洗涤液(2.9)洗3~4次〕，用水洗涤烧杯一次、沉淀两次，弃去滤液。

4.2.5 将滤纸展开，连同沉淀一起移入原烧杯中，加入30ml 缓冲溶液(2.6)，用水吹洗杯壁，盖上表皿，加热煮沸10min，搅拌使沉淀溶解，取下稍冷，加水至150ml。

4.2.6 加入0.1g 抗坏血酸(2.1)和3~4滴二甲酚橙指示剂(2.10)〔若待测试液中含铋量大于1mg，加入3~4ml 巯基乙酸(2.8)后再滴定〕，用Na₂EDTA 标准溶液(2.11)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。

5 分析结果的计算

按下式计算铅的百分含量：

$$\text{Pb}(\%) = \frac{T \cdot V_2}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：T——Na₂EDTA 标准溶液对铅的滴定度，g/ml；

V_2 ——滴定消耗的Na₂EDTA 标准溶液的体积，ml；

m_2 ——试样量，g。

分析结果表示到小数点后第二位。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

GB 8152.1—87

%

铅 量	允 许 差
35.00~40.00	0.40
40.00~50.00	0.50
50.00~60.00	0.60
60.00~80.00	0.65

附录 A

钡量超过铅量十分之一时铅量的测定
(补充件)

A.1 试剂

A.1.1 氨水 ($\rho 0.90\text{g/ml}$)。

A.1.2 盐酸 (1 + 1)。

A.1.3 酚酞指示剂 (0.1%) 乙醇溶液。

A.1.4 乙酸铅溶液 (0.8%): 称取 8 g 乙酸铅溶于 50 ml 缓冲溶液 (2.6) 中, 用水稀释至 1000 ml, 混匀。

乙酸铅溶液与 Na_2EDTA 标准溶液 (2.11) 比值的确定: 用滴定管放 30.00 ml 乙酸铅溶液 (A.1.4) 于 300 ml 烧杯中, 加入 30 ml 缓冲溶液 (2.6)、2 ~ 4 滴二甲酚橙指示剂 (2.10), 用 Na_2EDTA 标准溶液 (2.11) 滴定至溶液由紫红色恰变亮黄色为终点。

按下式计算乙酸铅溶液与 Na_2EDTA 标准溶液的比值。

$$K = \frac{V_3}{V_4} \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中: K ——乙酸铅溶液与 Na_2EDTA 标准溶液的比值;

V_3 ——滴定消耗的 Na_2EDTA 标准溶液的体积, ml;

V_4 ——加入乙酸铅溶液的体积, ml。

A.2 分析步骤

A.2.1 按 (4.1)、(4.2.1) 称取和分解试样, 加入 12 ~ 15 ml 硫酸 (2.4), 加热蒸发至冒浓烟, 盖上表皿, 于高温处强热溶解 10 min, 取下冷却。

A.2.2 用水吹洗表皿及杯壁, 加水至 50 ml, 煮沸 10 min, 冷却至室温, 放置 1 h。

A.2.3 用慢速定量滤纸过滤, 用硫酸 (2.5) 洗涤烧杯两次、沉淀四次。用水洗烧杯一次、沉淀两次, 弃去滤液。

A.2.4 将滤纸展开, 连同沉淀一起放入原烧杯中, 加入 50.00 ml Na_2EDTA 标准溶液 (2.11)、1 滴酚酞指示剂 (A.1.3)、5 ml 氨水 (A.1.1), 盖上表皿, 加热微沸, 溶液由红色褪至微红色取下。

A.2.5 用盐酸 (A.1.2) 中和溶液至微红色消失, 加入 30 ml 缓冲溶液 (2.6), 加热并保持微沸 10 ~ 15 min。取下冷却, 用水吹洗杯壁, 加 30 ml 水、0.1 g 抗坏血酸 (2.1)、3 ~ 4 滴二甲酚橙指示剂 (2.10), 用乙酸铅溶液 (A.1.4) 滴定溶液至紫红色并过量 5 ~ 10 ml, 再用 Na_2EDTA 标准溶液 (2.11) 滴定至溶液由紫红色恰变亮黄色为终点。

A.3 分析结果的计算

按下式计算铅的百分含量:

$$\text{Pb} (\%) = \frac{T \cdot (V_5 - K \cdot V_6)}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A2})$$

式中: T —— Na_2EDTA 标准溶液对铅的滴定度, g/ml;

V_5 ——加入试液中的 Na_2EDTA 标准溶液与滴定消耗的 Na_2EDTA 标准溶液的总体积, ml;

V_6 ——加入乙酸铅溶液的体积, ml;

K ——比值。1 ml 乙酸铅溶液相当于 Na_2EDTA 标准溶液的 ml 数;

m_3 ——试样量，g。

附加说明：

本标准由北京矿冶研究总院技术归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人严纪良、贺杏金、方开珑。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 495—75《铅精矿化学分析方法》作废。