



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.4—2010  
代替 GB/T 14352.4—1993

## 钨矿石、钼矿石化学分析方法 第4部分：铅量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—  
Part 4: Determination of lead content

[www.tungsten.com.cn](http://www.tungsten.com.cn)

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 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 18 个部分：

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

本部分为 GB/T 14352 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 14352.4—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定铅量》。

本部分与 GB/T 14352.4—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。

本部分的附录 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：江苏省地质调查研究院（国土资源部南京矿产资源监督检测中心）。

本部分主要起草人：周康民、蔡玉曼。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14352.4—1993。





## 钨矿石、钼矿石化学分析方法 第4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 14352 的本部分规定了钨矿石、钼矿石中铅量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中铅量的测定。

测定范围:0.01%~5%的铅。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14352 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 原理

试料经氢氟酸、王水、高氯酸分解,在硝酸-硼酸介质中,使用空气-乙炔火焰,在原子吸收分光光度计上,于波长 283.3 nm 处,测量铅的吸光度,计算铅量。

### 4 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。

4.1 氢氟酸( $\rho$ 1.13 g/mL),警告:氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触。

4.2 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL),警告:易爆品,小心操作!

4.3 王水:将 3 份盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)和 1 份硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)混合;用时配制。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 硝酸(5+95)。

4.6 硼酸溶液(60 g/L)。

4.7 铅标准溶液:

a) 铅标准储备溶液[ $\rho$ (Pb)=1.0 mg/mL]:称取 1.000 0 g 金属铅(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿杯壁加入 20 mL 硝酸(4.4),低温加热溶解,冷却,用水洗去表面皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

b) 铅标准溶液[ $\rho$ (Pb)=20.0  $\mu$ g/mL]:分取 20.00 mL 铅标准储备溶液[4.7a)],置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 5 仪器

5.1 分析天平:三级,感量 0.1 mg。





GB/T 14352.4—2010

5.2 原子吸收分光光度计,附铅空心阴极灯。

## 6 试样

6.1 按 GB/T 14505 的相关要求,加工试样粒径应小于  $97\ \mu\text{m}$ 。

6.2 试样应在  $105\ ^\circ\text{C}$  预干燥 2 h,含硫矿物的试样在  $60\ ^\circ\text{C}\sim 80\ ^\circ\text{C}$  的鼓风干燥烘箱内干燥 2 h~4 h,然后置于干燥器中,冷却至室温。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

根据试样中铅量按表 1 称取试料量,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	—
>0.25~0.50	0.1	—
>0.5~2.5	0.1	10.00
>2.5~5	0.1	5.00

### 7.2 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。

### 7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

### 7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氟酸(4.1),加盖,放置过夜,移去盖子,加入 10 mL 王水(4.3)、0.5 mL 高氯酸(4.2),加盖,在低温电热板上微沸 30 min,用适量水洗去盖子,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(4.4)、5 mL 硼酸溶液(4.6),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(A液)。

7.4.2 根据试料中铅量,按表 1 分取溶液(A液),置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸(4.5)稀释至刻度,摇匀(B液)。

注:有关说明见附录 A。

### 7.5 校准溶液系列配制

分取 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[4.7b)],分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.4)、5 mL 硼酸溶液(4.6),用水稀释至刻度,摇匀。

### 7.6 测定

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

参照附录 A 表 A.1 仪器工作条件,测量校准溶液、试料溶液(A液)或(B液)、空白试验溶液和验证试验溶液中铅的吸光度。

### 7.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列铅量为横坐标,校准溶液系列吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得试料溶液相应的铅量。



## 8 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:

$$w(\text{Pb}) = \frac{(m_1 - m_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——从校准曲线上查得分取试料溶液中的铅量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——从校准曲线上查得的空白溶液中的铅量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点二位。

## 9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 精密度 %

元 素	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
铅	0.008~0.27	$r=0.000\ 9+0.059\ 1\ m$	$R=0.042\ 8m^{0.680\ 0}$

注:本精密度数据是由 6 个实验室对 6 个水平的试样进行试验确定。



附录 A  
(资料性附录)  
有关说明

A.1 使用塞曼原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1 仪器参考工作条件

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

A.3 含铁量高、铅量不高的试样,也可改用在盐酸(5+95)介质进行测定。

[www.tungsten.com.cn](http://www.tungsten.com.cn)



GB/T 14352.4-2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-40992

定价: 14.00 元

打印日期: 2011年3月16日 F049