

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 461.1—2013  
代替 YS/T 461.1—2003

---

## 混合铅锌精矿化学分析方法 第 1 部分：铅量与锌量的测定 沉淀分离 $\text{Na}_2\text{EDTA}$ 滴定法

Methods for chemical analysis of lead and zinc bulk concentrates—  
Part 1: The determination of lead and zinc contents—  
 $\text{Na}_2\text{EDTA}$  titrimetric method after precipitation separation

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施



## 前 言

YS/T 461—2013《混合铅锌精矿化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：铅量与锌量的测定 沉淀分离  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法；
- 第 2 部分：铁量的测定  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 燃烧-中和滴定法；
- 第 4 部分：砷量的测定 碘滴定法；
- 第 5 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：金量与银量的测定 火试金法；
- 第 11 部分：砷、铋、镉、钴、铜、镍、铈量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 461—2013 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 461.1—2003《混合铅锌精矿化学分析方法 铅量与锌量的测定 沉淀分离  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法》，与 YS/T 461.1—2003 相比，主要变化如下：

- 测定范围由“铅 10.00%~30.00%，锌 20.00%~50.00%”变化为“铅 10.00%~40.00%，锌 10.00%~45.00%”；
- 分析步骤中在硫酸铅沉淀分离后，增加了滤液加氨水中和沉淀步骤，以消除铁等杂质的干扰；
- 增加了“再现性”条款，删除了“允许差”条款；
- 增加了“试验报告”要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

YS/T 461 负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、白银有色集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

本部分参加起草单位：白银有色集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿、株洲冶炼集团股份有限公司、西部矿业股份有限公司检验中心、巴彦淖尔西部铜业有限公司、湖南有色金属研究院、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：袁丽丽、王冬珍、王晓、谢慧媛、颜斌、崔敏、向德磊、杨占菊、王永、隆英兰、龙海珍、孔会明、李艳、庞文林、于力。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 461.1—2003。



# 混合铅锌精矿化学分析方法

## 第 1 部分:铅量与锌量的测定

### 沉淀分离 $\text{Na}_2\text{EDTA}$ 滴定法

#### 1 范围

YS/T 461 的本部分规定了混合铅锌精矿中铅量与锌量的测定方法。

本部分适用于混合铅锌精矿中铅量与锌量的测定。测定范围:铅 10.00%~40.00%,锌 10.00%~45.00%。

本部分不适用于钡含量大于 1% 的混合铅锌精矿。

#### 2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、硫酸溶解,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,在 pH5.0~6.0 时,用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变亮黄色为终点。根据消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液体积计算铅的含量。

滤液用氨水沉淀分离铁、锰等共存元素。在所得滤液中加入掩蔽剂掩蔽少量干扰元素。在 pH5.0~6.0 时,用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变亮黄色为终点。根据消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液体积计算锌、镉含量。扣除镉量,即为锌量。

#### 3 试剂

除非另有说明,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 氯化铵。
- 3.2 抗坏血酸。
- 3.3 无水乙酸钠。
- 3.4 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。
- 3.5 硝酸( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )。
- 3.6 硫酸( $\rho=1.84\text{ g/mL}$ )。
- 3.7 氢溴酸( $\rho=1.38\text{ g/mL}$ )。
- 3.8 氨水( $\rho=0.90\text{ g/mL}$ )。
- 3.9 乙酸( $\rho=1.049\text{ g/mL}$ )。
- 3.10 硝酸(1+3)。
- 3.11 硫酸(2+98)。
- 3.12 硫酸(1+9)。
- 3.13 盐酸(1+1)。
- 3.14 氨水(1+1)。
- 3.15 洗涤液:2 g 氯化铵(3.1)溶于 100 mL 水中,加 3~4 滴氨水(3.8)。
- 3.16 过硫酸铵溶液(200 g/L),用时现配。



3.17 氟化钾溶液(200 g/L),贮于塑料瓶中。

3.18 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 5.5):375 g 无水乙酸钠(3.3)溶于水中,加入 50 mL 乙酸(3.9),用水稀释至 2 000 mL,混匀。

3.19 硫代硫酸钠溶液(100 g/L)。

3.20 铁贮存液(100 g/L):称取 100 g 硫酸铁溶解于 1 000 mL 硫酸(3.12)中。

3.21 氟化铵溶液(250 g/L)。

3.22 对硝基苯酚指示剂(10 g/L)。

3.23 二甲酚橙指示剂(1 g/L),限两周内使用。

3.24 乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )标准滴定溶液 I。

3.24.1 配制:称取 5.3 g 乙二胺四乙酸二钠( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )于 400 mL 烧杯中,加水微热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 3 d 后标定。

3.24.2 标定:称取 0.120 g(精确至 0.000 1 g)金属铅( $w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$ )置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.10),于电热板上低温加热溶解完全,取下稍冷,加入 10 mL 硫酸(3.6),加热冒烟至体积 2 mL,取下冷却至室温。以下按分析步骤 5.4.2、5.4.3 进行。随同标定做空白试验。

按式(1)计算乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 I 的实际浓度:

$$c_1 = \frac{m_1}{207.2 \times (V_1 - V_0)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c_1$  ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 I 的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

$m_1$  ——金属铅的质量,单位为克(g);

$V_1$  ——标定时,滴定铅所消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液 I 的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$  ——标定时,空白溶液所消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液 I 的体积,单位为毫升(mL);

207.2——金属铅的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定四份,测定值保留四位有效数字,其极差值不大于  $6 \times 10^{-8}$  mol/mL 时,取其平均值。否则重新标定。

3.25 乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )标准滴定溶液 II。

3.25.1 配制:称取 20 g 乙二胺四乙酸二钠( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )于 400 mL 烧杯中,加水微热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 3 d 后标定。

3.25.2 标定:称取 0.150 g(精确至 0.000 1 g)金属锌( $w_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$ )置于 500 mL 三角烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.13),于电热板上低温加热溶解完全,取下稍冷,用水稀释至 150 mL,加一滴对硝基苯酚指示剂(3.22),用氨水(3.14)和盐酸(3.13)调至溶液恰变无色,加入 25 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.18),加 2 滴二甲酚橙指示剂(3.23),用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液 II(3.25)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点。随同标定做空白试验。

按式(2)计算乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 II 的实际浓度:

$$c_2 = \frac{m_2}{65.38 \times (V_2 - V_3)} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$c_2$  ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 II 的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

$m_2$  ——金属锌的质量,单位为克(g);

$V_2$  ——标定时,滴定锌所消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液 II 的体积,单位为毫升(mL);

$V_3$  ——标定时,空白溶液所消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液 II 的体积,单位为毫升(mL);

65.38——金属锌的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定四份,测定值保留四位有效数字,其极差值不大于  $1 \times 10^{-7}$  mol/mL 时,取其平均值。否



则重新标定。

## 4 试样

4.1 试样应通过 0.100 mm 孔筛。

4.2 试样应在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘 1 h, 并置于干燥器中冷却至室温备用。

## 5 分析步骤

### 5.1 试料

称取 0.30 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

### 5.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中, 加入 15 mL 盐酸(3.4), 盖上表面皿, 低温加热溶解 3 min, 加入 5 mL 硝酸(3.5), 继续加热[若试样含硅高, 加 3 mL 氟化铵溶液(3.21)]至试样溶解完全, 加入 5 mL 硫酸(3.6), 加热至冒浓白烟[若试样中锑含量高, 加 2 mL 氢溴酸(3.7); 若试样含碳高, 加 2 滴硝酸(3.5), 加热至冒浓白烟], 并蒸至体积约 2 mL, 取下冷却至室温。

5.4.2 用水洗表面皿及杯壁, 加水至 50 mL, 加热微沸 10 min, 冷却至室温, 放置 1 h, 用慢速定量滤纸过滤, 滤液用三角烧杯盛接, 用硫酸(3.11)洗烧杯及沉淀各五次, 水洗烧杯及沉淀各一次, 保留滤液 A。

5.4.3 将滤纸展开, 连同沉淀一起放入原烧杯中, 加入 45 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.18), 加水 50 mL, 用水吹洗杯壁, 盖上表面皿, 加热煮沸 10 min, 取下稍冷, 加水至 150 mL, 加入 0.1 g 抗坏血酸(3.2), 加 1 滴二甲酚橙指示剂(3.23), 用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液 I (3.24) 滴定至溶液由紫红色变亮黄色为终点, 滴定体积为  $V_1$ , 计算铅量。

注: 若试料中含铋量大于 0.1%, 在加入二甲酚橙指示剂(3.23)之前, 按以下步骤滴定:

用硝酸(3.5)调节溶液 pH 约 1.5, 加入 1 滴二甲酚橙指示剂(3.23), 立即用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液 I (3.24) 滴定至溶液由紫红色变亮黄色, 用氨水(3.14)调节溶液 pH 约 5.5, 然后用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液 I (3.24) 滴定至溶液由紫红色变亮黄色为终点, 滴定体积为  $V_1$ , 计算铅量。

5.4.4 将滤液 A 浓缩至 60 mL~80 mL, 稍冷(若溶液中含铁较低, 适当补加铁贮存液使溶液中含铁约 20 mg)。

5.4.5 加入 3 g~5 g 氯化铵(3.1)、8 mL 过硫酸铵溶液(3.16), 用氨水(3.8)中和至沉淀完全再过量 10 mL, 加热微沸 1 min~2 min, 趁热用快速滤纸过滤, 用热的洗涤液(3.15)洗涤烧杯和沉淀各 2~3 次, 滤液保留。

5.4.6 将沉淀用热的洗涤液(3.15)洗到原沉淀的烧杯中, 加入盐酸(3.13)溶解沉淀, 加入 8 mL 过硫酸铵溶液(3.16), 用氨水(3.8)中和至沉淀完全再过量 10 mL, 加热微沸 1 min~2 min, 取下, 经原滤纸过滤于保留液的烧杯中, 用热的洗涤液(3.15)洗涤烧杯和沉淀各 3~4 次, 保留滤液 B。

5.4.7 将滤液 B 摇匀, 煮沸并浓缩至体积约 100 mL, 彻底破坏过剩的过硫酸铵, 取下放冷。

5.4.8 加入 0.1 g 抗坏血酸(3.2)、2 滴对硝基苯酚指示剂(3.22), 用氨水(3.14)调至黄色出现, 再用盐酸



(3.13)调至无色,加入 25 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.18),5 mL 氟化钾溶液(3.17)、10 mL 硫代硫酸钠溶液(3.19),混匀。滴加 2 滴二甲酚橙指示剂(3.23),用 Na<sub>2</sub>EDTA 标准滴定溶液Ⅱ(3.25)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点。滴定体积为 V<sub>6</sub>,计算铟含量。

5.4.9 铟量的测定

按 YS/T 461.7—2013《混合铅锌精矿化学分析方法 第 7 部分:铟量的测定 火焰原子吸收光谱法》进行。

6 分析结果的计算

6.1 铅量以铅的质量分数  $w_{Pb}$  计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_{Pb} = \frac{c_1(V_4 - V_5) \times 207.2}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中:  
c<sub>1</sub> ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液Ⅰ(3.24)的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);  
V<sub>4</sub> ——滴定时,所消耗 Na<sub>2</sub>EDTA 标准滴定溶液Ⅰ(3.24)的体积,单位为毫升(mL);  
V<sub>5</sub> ——滴定时,空白溶液所消耗 Na<sub>2</sub>EDTA 标准滴定溶液Ⅰ(3.24)的体积,单位为毫升(mL);  
207.2——金属铅的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);  
m<sub>0</sub> ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后两位小数。

6.2 铟量以铟的质量分数  $w_{Zn}$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_{Zn} = \frac{c_2(V_6 - V_7) \times 65.38}{m_0} \times 100\% - w_{Cd} \times 0.5816 \dots\dots\dots(4)$$

式中:  
c<sub>2</sub> ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液Ⅱ(3.25)的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);  
V<sub>6</sub> ——滴定时,所消耗 Na<sub>2</sub>EDTA 标准滴定溶液Ⅱ(3.25)的体积,单位为毫升(mL);  
V<sub>7</sub> ——滴定时,空白溶液所消耗 Na<sub>2</sub>EDTA 标准滴定溶液Ⅱ(3.25)的体积,单位为毫升(mL);  
65.38 ——金属铟的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);  
m<sub>0</sub> ——试料的质量,单位为克(g);  
w<sub>Cd</sub> ——试料中镉的质量分数;  
0.5816——铟量换算为铟量的系数。

所得结果表示至小数点后两位小数。

7 精密度

7.1 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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

|             |      |       |       |       |             |       |       |       |       |
|-------------|------|-------|-------|-------|-------------|-------|-------|-------|-------|
| $w_{Pb}/\%$ | 9.81 | 20.69 | 30.68 | 39.28 | $w_{Zn}/\%$ | 10.12 | 23.97 | 31.62 | 42.33 |
| $r/\%$      | 0.24 | 0.29  | 0.38  | 0.47  | $r/\%$      | 0.19  | 0.23  | 0.28  | 0.33  |



7.2 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2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

|             |      |       |       |       |             |       |       |       |       |
|-------------|------|-------|-------|-------|-------------|-------|-------|-------|-------|
| $w_{Pb}/\%$ | 9.81 | 20.69 | 30.68 | 39.28 | $w_{Zn}/\%$ | 10.12 | 23.97 | 31.62 | 42.33 |
| $R/\%$      | 0.40 | 0.45  | 0.53  | 0.58  | $R/\%$      | 0.35  | 0.42  | 0.49  | 0.58  |

8 试验报告

- 试验报告至少应包含以下内容：
- 试样；
  - 使用的标准(YS/T 461.1—2013)；
  - 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。
-



中华人民共和国有色金属  
行业标准  
混合铅锌精矿化学分析方法  
第1部分:铅量与锌量的测定  
沉淀分离  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法  
YS/T 461.1—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2014年5月第一版 2014年5月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-26754 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



YS/T 461.1-2013