

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 248.5—2007  
代替 YS/T 248.6—1994

### 粗铅化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of crude lead—  
Determination of copper content—Flame atomic absorption spectrometric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施



中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

YS/T 248《粗铅化学分析方法》共分为 10 个部分：

YS/T 248.1	粗铅化学分析方法	铅量的测定	Na <sub>2</sub> EDTA 滴定法
YS/T 248.2	粗铅化学分析方法	锡量的测定	苯基荧光酮分光光度法和碘酸钾滴定法
YS/T 248.3	粗铅化学分析方法	锑量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.4	粗铅化学分析方法	砷量的测定	砷锑钼蓝分光光度法和萃取-碘滴定法
YS/T 248.5	粗铅化学分析方法	铜量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.6	粗铅化学分析方法	金量和银量的测定	火试金法
YS/T 248.7	粗铅化学分析方法	银量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.8	粗铅化学分析方法	锌量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.9	粗铅化学分析方法	铋量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.10	粗铅化学分析方法	铁量的测定	火焰原子吸收光谱法

本部分为第 5 部分。

本部分代替 YS/T 248.6—1994《粗铅化学分析方法 示波极谱法测定铜量》。与 YS/T 248.6—1994 相比,本部分主要有如下变动:

——采用火焰原子吸收光谱法,测定范围由 0.05%~2.0%修改为 0.05~4.0%;

——增加了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司负责起草。

本部分由湖南水口山有色金属集团有限公司起草。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司、大冶有色金属集团有限公司参加起草。

本部分主要起草人:谭平生、周爱青。

本部分主要验证人:宋波、李玉琴、刘艳。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YB 739—1970、GB/T 5119.6—1985、YS/T 248.6—1994。

## 粗铅化学分析方法

### 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本部分规定了粗铅中铜含量的测定方法。

本部分适用于粗铅中铜含量的测定。测定范围：0.05%~4.0%。

#### 2 方法原理

试样用硝酸-酒石酸溶解，于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处，使用空气-乙炔火焰测量铜的吸光度。

#### 3 试剂

##### 3.1 市售试剂

3.1.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

3.1.2 酒石酸。

##### 3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+3)。

##### 3.3 标准溶液

3.3.1 铜标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属铜(铜的质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 250 mL 烧杯中，加 30 mL 硝酸(3.2.1)，盖上表面皿，低温加热至溶解完全，以少量水吹洗表面皿及杯壁，煮沸，驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.3.2 铜标准溶液：移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 铜。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪，附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

特征浓度：在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中，铜的特征浓度应不大于 0.1  $\mu$ g/mL。

精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度，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成五段，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。

原子吸收光谱仪参考工作条件：波长 324.7 nm；灯电流 3.0 mA；贫燃火焰，在原子化区测定。

#### 5 试样

将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑，用 450  $\mu$ m 筛过筛，样品分筛上、筛下分别装袋。加工时应防止过热氧化。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

用四分法按筛上、筛下比例称取试样,称取量见表1,精确至0.000 1 g。

表 1

铜的质量分数/%	试料量/g	试液总体积/ mL	分取试液体积/ mL	补加硝酸量/ mL	测定试液体积/ mL
0.05~0.20	10.0	500	10.00	2.5	100
>0.20~0.80	10.0	1 000	5.00	3.0	100
>0.80~4.00	5.0	1 000	5.00	6.0	200

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.4 将试料(6.1)置于400 mL烧杯中,加入20 g酒石酸(3.1.2)、150 mL硝酸(3.2.1),加盖表面皿,置于电热板低温处加热使试料分解完全,用水吹洗表面皿及杯壁。煮沸,驱除氮的氧化物,取下,冷却。按表1移入相应容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.5 按表1移取试液于测定用容量瓶中,按表1补加硝酸(3.1.1),用水稀释至刻度,混匀。

6.6 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长324.7 nm处,以水调零,测量铜的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜浓度。

### 6.7 工作曲线的绘制

6.8 分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL铜标准溶液(3.3.2)于一组100 mL容量瓶中,加入3 mL硝酸(3.1.1),用水稀释至刻度,混匀。

6.9 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长324.7 nm处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度(减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度),以铜浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按式(1)计算铜的质量分数 $w_{Cu}$ ,数值以%表示:

$$w_{Cu} = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$ ——自工作曲线上查得的铜浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位小数;当铜量小于1%时表示至三位小数。

## 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

$w_{Cu}/\%$	0.051	0.286	1.04	2.52	3.82
$r/\%$	0.005	0.038	0.10	0.18	0.25

注：重复性( $r$ )为  $2.8S_r$ ,  $S_r$  为重复性标准差。

## 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

$w_{Cu}/\%$	0.051	0.286	1.04	2.52	3.82
$R/\%$	0.010	0.050	0.15	0.20	0.30

注：再现性( $R$ )为  $2.8 S_R$ ,  $S_R$  为再现性标准差。

## 9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
粗铅化学分析方法  
铜量的测定 火焰原子吸收光谱法  
YS/T 248.5—2007

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

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 0.5 字数 7 千字  
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-17946 定价 10.00 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)68533533



YS/T 248.5—2007