

ICS 77.120.70  
H 15



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15249.4—2009  
代替 GB/T 15249.4—1994

## 合质金化学分析方法 第 4 部分：铅量的测定 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of crude gold—  
Part 4: Determination of lead content—  
EDTA titrimetric method

2009-05-06 发布

2009-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

GB/T 15249《合质金化学分析方法》分为如下 5 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定 火试金重量法；
- 第 2 部分：银量的测定 火试金重量法和 EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 4 部分：铅量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15249 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 15249.4—1994《合质金化学分析方法 EDTA 滴定法测定铅量》。

本部分与 GB/T 15249.4—1994 相比，主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 增加了试样条款；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由中国人民银行提出。

本部分由全国金融标准化技术委员会(SAC/TC 180)归口。

本部分由长春黄金研究院负责起草。

本部分由成都印钞公司、北京矿冶研究总院、沈阳造币厂、上海造币厂和南京造币厂参加起草。

本部分主要起草人：陈菲菲、黄蕊、刘烽、于力、陈杰、王自森、赖茂明、王德雨、张勃。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15249.4—1994。

## 合质金化学分析方法

### 第 4 部分: 铅量的测定 EDTA 滴定法

#### 1 范围

GB/T 15249 的本部分规定了合质金中铅量的测定方法。

本部分适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中铅量的测定。测定铅的质量分数范围: 1.00%~15.00%。

#### 2 方法原理

试料用稀硝酸、盐酸分解,银以氯化银沉淀分离,金以亚硫酸还原成单体金分离,加入硫酸使铅成硫酸铅沉淀过滤,使其与共存元素分离。用乙酸-乙酸钠缓冲溶液溶解硫酸铅,以二甲酚橙为指示剂,在 pH5.5~6.0 的条件下,用 EDTA 标准滴定溶液滴定,由消耗的 EDTA 标准溶液体积计算铅的质量分数。

#### 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 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 盐酸(2+98)。

3.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+24)。

3.7 硫酸(2+98)。

3.8 亚硫酸( $\rho$ 1.03 g/mL)。

3.9 无水乙醇。

3.10 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5~6.0):将 375 g 无水乙酸钠溶于水中,加入 50 mL 冰乙酸,用水稀释至 2.5 L。

3.11 二甲酚橙指示剂溶液(5 g/L):在 50 mL 溶液中滴加 1~2 滴氨水(1+1)。1 周内使用。

3.12 铅标准溶液:称取 2.000 0 g 金属铅( $w(\text{Pb}) \geq 99.99\%$ )于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(3.4),盖上表面皿,置于电热板上,低温加热溶解,待完全溶解后,煮沸驱除氮的氧化物,取下,冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铅 2 mg。

3.13 乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{EDTA}) \approx 0.01 \text{ mol/L}$ ]。

3.13.1 配制:称取 18 g 乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )置于 400 mL 烧杯中,加水 200 mL 微热溶解,冷至室温,用水稀释至 5 L,混匀。

3.13.2 标定:移取三份 20.00 mL 铅标准溶液(3.12),分别置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(3.5),低温加热至冒三氧化硫烟,取下冷却,用水洗杯壁,再低温加热至浓烟消失,取下冷却。以下按分析步骤 5.3.4~5.3.6 进行。

按式(1)计算  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 1\,000}{(V_2 - V_0) \times 207.2} \dots\dots\dots(1)$$

## GB/T 15249.4—2009

式中:

$c$ —— $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$c_0$ ——铅标准溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);

$V_0$ ——空白溶液消耗的  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——移取铅标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

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

207.2——铅的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

测定值保留四位有效数字,平行标定所消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液体积的极差值应不超过 0.10 mL,取其平均值。

#### 4 试样

试样加工成粉末状或屑状。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

按表 1 称取试样(4),精确至 0.000 1 g。独立地进行两次测定,取其平均值。

表 1 试料量

铅的质量分数/%	试料质量/g
1.00~5.00	1.000 0
>5.00~15.00	0.500 0

##### 5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,5 mL 硝酸(3.3),盖上表面皿,低温煮沸 30 min,取下稍冷,加入 20 mL 盐酸(3.1),低温分解样品至溶解完全,打开表面皿,低温蒸至近干,加入 5 mL 盐酸(3.1),低温蒸至近干,驱除氮的氧化物。取下稍冷,用水洗涤表面皿与烧杯,加入 5 mL 盐酸(3.1),将体积稀释至 100 mL 左右,加热煮沸数分钟,取下,趁热缓慢边搅拌边加入 20 mL 亚硫酸(3.8)还原金,煮沸并保温 30 min。

5.3.2 取下,用热盐酸(3.2)洗涤表面皿,用中速定量滤纸趁热过滤,滤液滤入 250 mL 烧杯中,用热盐酸(3.2)在烧杯中洗涤单质金与氯化银混合沉淀 3 次,将沉淀用热盐酸(3.2)移至滤纸上,洗涤烧杯 3 次,用热盐酸(3.2)洗涤沉淀,直至滤液体积为 200 mL 左右。

5.3.3 用玻璃棒搅匀滤液,将滤液蒸至 20 mL 左右,加入 10 mL 硫酸(3.5),继续加热至冒三氧化硫浓烟,取下冷却,用水洗杯壁,加热至浓烟消失,取下冷却。

5.3.4 用 50 mL 硫酸(3.6)洗涤烧杯,盖上表面皿,煮沸 10 min,取下冷却至室温,加入 10 mL 无水乙醇(3.9),放置 1 h。

5.3.5 用慢速定量滤纸以倾析法过滤,用硫酸(3.7)洗涤硫酸铅沉淀 3 次后,将沉淀移至滤纸上,再洗涤烧杯 3 次,分次洗涤滤纸和沉淀,直至滤液体积为 200 mL 左右,再用水洗涤烧杯与滤纸和沉淀各 2 次。

5.3.6 将滤纸展开,连同沉淀一起移入原烧杯中,加入 50 mL 缓冲溶液(3.10)、30 mL 水,盖上表面皿,加热煮沸 10 min,搅拌使沉淀溶解,取下冷却,加水至 100 mL。加入 3 滴~4 滴二甲酚橙指示剂(3.11),用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液(3.13)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点。

6 结果计算

按式(2)计算铅的质量分数  $w(\text{Pb})$ , 数值以%表示:

$$w(\text{Pb}) = \frac{c(V_3 - V_4) \times 207.2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$c$ —— $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

$V_3$ ——试料溶液消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$V_4$ ——空白溶液消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量, 单位为克(g);

207.2——铅的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至小数点后第二位。

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绝对差值不大于重复性限( $r$ ), 大于重复性限( $r$ )的情况以不超过 5% 为前提。重复性限( $r$ )按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

Pb 的质量分数/%	1.00	5.00	15.00
重复性限( $r$ )/%	0.10	0.15	0.20
注: 重复性限( $r$ )为 $2.8S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。			

7.2 再现性

在再现性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限( $R$ ), 大于再现性限( $R$ )的情况以不超过 5% 为前提。再现性限( $R$ )按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

Pb 的质量分数/%	1.00	5.00	15.00
再现性限( $R$ )/%	0.15	0.20	0.30
注: 再现性限( $R$ )为 $2.8S_R$ , $S_R$ 为再现性标准差。			

8 质量保证和控制

应用国家级或行业级标准样品(当两者没有时, 也可用自制的控制样品代替), 每周或两周验证一次本标准的有效性。当过程失控时, 应找出原因, 纠正错误后, 重新进行校核, 并采取相应的预防措施。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
合质金化学分析方法  
第 4 部分:铅量的测定 EDTA 滴定法  
GB/T 15249.4—2009

\*

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

\*

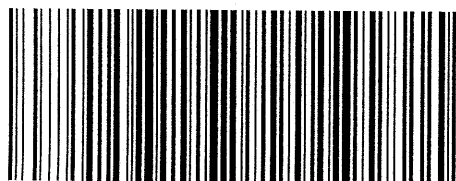
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

\*

书号:155066·1-37843 定价 14.00 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



GB/T 15249.4—2009

打印日期:2009年10月14日