



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 248.1—2007
代替 YS/T 248.1—1994

粗铅化学分析方法 铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of crude lead—
Determination of lead content— Na_2EDTA titrimetric 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 ₂ 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 | 铋量的测定 | 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 | 砷铋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 1 部分。

本部分代替 YS/T 248.1—1994《粗铅化学分析方法 EDTA 容量法测定铅量》。与 YS/T 248.1—1994 相比,本部分主要有如下变动:

- 测定范围由 92% 以上修改为 90% 以上;
- 当铁含量大于 0.12% 时,采用硫酸铅沉淀分离消除铁的干扰;
- 补充了精密度、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。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司起草。

本部分由深圳市中金岭南有色金属集团有限公司韶关冶炼厂、白银有色金属集团有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:谭仪文、向德磊。

本部分主要验证人:王萍、卓毓瑞、王冬珍。

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 5119.1—1985、YS/T 248.1—1994。

粗铅化学分析方法

铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法

1 范围

本部分规定了粗铅中铅量的测定方法。

本部分适用于粗铅中铅含量的测定。测定范围： $\geq 90\%$ 。

2 方法原理

试料经稀硝酸分解,用六次甲基四胺调节至溶液 pH 为 5.5~pH6.0,以二甲酚橙为指示剂,用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定,测其铅量。

当铁、铜、锌等杂质含量低时,加乙酰丙酮消除铁的干扰,加邻菲罗啉消除铜、锌、镉、锰、钴、镍、银的干扰,直接分取部分试液测定铅的含量。铋的干扰可在 pH1.5~pH2.0 预先滴定消除。

当铁量大于 0.12%、铜量大于 4.0%、锌量大于 2.0% 时,采用硫酸铅沉淀分离的方法。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 抗坏血酸。

3.1.2 乙酰丙酮。

3.1.3 硫酸($\rho 1.84\text{ g/mL}$)。

3.1.4 盐酸($\rho 1.19\text{ g/mL}$)。

3.1.5 氢溴酸($\rho 1.49\text{ g/mL}$)。

3.1.6 硝酸($\rho 1.42\text{ g/mL}$)。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+4)。

3.2.2 邻菲罗啉溶液(10 g/L):称取 1 g 邻菲罗啉溶于 95 mL 硝酸(2+98)中,加 5 mL 无水乙醇,混匀。

3.2.3 乙酸钠溶液(200 g/L)。

3.2.4 六次甲基四胺溶液(200 g/L)。

3.2.5 Na_2EDTA 溶液(0.005 mol/L):将 Na_2EDTA 标准滴定溶液(3.3.2)稀释 5 倍。

3.2.6 硫酸洗液(2+98):20 mL 硫酸缓慢加入 980 mL 水中,混匀。

3.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5):称取 375 g 无水乙酸钠溶于水,加入 50 mL 冰乙酸,用水稀释至 2 500 mL,混匀。

3.2.8 饱和硫脲。

3.2.9 巯基乙酸(1+99)。

3.3 标准溶液

3.3.1 铅标准溶液:称取 10.000 0 g 金属铅(铅的质量分数 $\geq 99.99\%$)置于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 硝酸(3.2.1),低温溶解完全,煮沸赶尽氮的氧化物,取下放冷,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 铅。

3.3.2 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)标准滴定溶液(0.025 mol/L):