

ICS 77.120.60
H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 248.4—2007
代替 YS/T 248.5—1994

YS/T 248.4—2007

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

Methods for chemical analysis of crude lead
—Determination of arsenic content
—Molybdoantimonyarsenate blue photometric method and
Extraction-iodometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
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 248.4—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

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

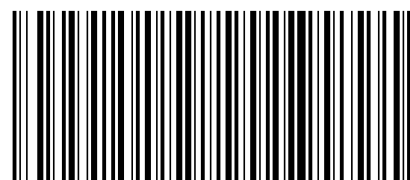
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

书号: 155066·2-17945 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



YS/T 248.4—2007

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

17 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。

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 Na₂ 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 铈量的测定 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 砷铈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 4 部分。

本部分代替 YS/T 248.5—1994《粗铅化学分析方法 砷铈钼蓝光度法测定砷量》。与 YS/T 248.5—1994 相比,本部分主要有如下变动:

- 本部分采用两种化学分析方法测定粗铅中的砷量;
- 方法 1 对 YS/T 248.5—1994《粗铅化学分析方法 砷铈钼蓝光度法测定砷量》文本格式进行了修改;
- 补充了精密度与质量保证和控制条款;
- 方法 2 采用萃取-碘滴定法,测定范围: $>0.5\% \sim 4.0\%$ 。

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。

本部分方法 1 由株洲冶炼集团有限责任公司、湖南冶金研究所起草。

本部分方法 1 由深圳市中金岭南有色金属集团有限公司韶关冶炼厂参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:罗碧芳、刘传仕、宋丹青。

本部分方法 1 主要验证人:彭新湘、邓志辉、周懿。

本部分方法 2 由深圳市中金岭南有色金属集团有限公司韶关冶炼厂起草。

本部分方法 2 由湖南水口山有色金属集团有限公司、柳州华锡集团河池冶金化工厂参加起草。

本部分方法 2 主要起草人:罗丝、廖述纯。

本部分方法 2 主要验证人:匡海燕、周跃先、楼孟清、陆超。

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 5119.5—1985、YS/T 248.5—1994。

1 mg 砷。

12.3.2 碘标准滴定溶液(0.009 mol/L)：

12.3.2.1 配制：称取 2.3 g 碘、8 g 碘化钾于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 水，溶解后，用脱脂棉过滤于 1 000 mL 棕色容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。于阴暗处放置一周后再标定。

12.3.2.2 标定：移取 20.00 mL 砷标准溶液(12.3.1)于 300 mL 三角瓶中，加入 2 g 碳酸氢钠(12.1.2)，加 5 mL 淀粉指示剂(12.4)，用碘标准滴定溶液(12.3.2)滴定至蓝色出现为终点。随同标定作空白试验。

按式(2)计算碘标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{c_1 \cdot V_1}{74.92 \times (V_2 - V_3)} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

c ——碘标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

c_1 ——砷标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1 ——移取砷标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——标定时，滴定砷标准溶液所消耗的碘标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_3 ——标定时，空白溶液所消耗的碘标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

74.92——砷的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定三份，测定值保留四位有效数字，其级差值不大于 1.0×10^{-4} mol/L 时，取其平均值。否则重新标定。

12.4 指示剂

淀粉指示剂(5 g/L)，用时现配。

13 试样

将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑，用 450 μ 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。

14 分析步骤

14.1 试料

用四分法按筛上、筛下比例称取试样，称取量见表 4，精确至 0.000 1 g。

表 4

砷的质量分数/%	试料量/g
>0.5~1.00	5.0
>1.00~2.00	2.0
>2.00~4.0	1.0

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于 300 mL 三角烧杯中，加 10 mL~15 mL 硫酸(12.1.4)，加 1 g 硫酸钾(12.1.1)、四分之一张(3 cm² 左右)滤纸，加热至溶解完全、溶液清亮并蒸至 2 mL，取下，冷却。吹少许水加热溶解盐类，取下冷却至室温，用盐酸(12.2.1)移入 50 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀，静置澄清。

14.3.2 移取 15.00 mL 上清液于 125 mL 分液漏斗中，加入 30 mL 盐酸(12.1.3)，加 30 mL 苯

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

方法 1 砷锑钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了粗铅中砷含量的测定方法。

本部分适用于粗铅中砷含量的测定。测定范围：0.1%~0.5%。

2 方法原理

试样用硝酸溶解，加硫酸分离主体铅。在 0.2 mol/L 硫酸介质中，高锰酸钾溶液将砷氧化成五价，与钼酸铵和抗坏血酸及酒石酸锑钾生成砷锑钼蓝三元络合物，于分光光度计波长 720 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 硫酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(1+3)。

3.2.3 硫酸(2.5 mol/L)。

3.2.4 氢氧化钠溶液(40 g/L)，贮存于塑料瓶中。

3.2.5 钼酸铵溶液(15 g/L)。

3.2.6 酒石酸锑钾溶液(0.45 g/L)。

3.2.7 高锰酸钾溶液(20 g/L)。

3.2.8 抗坏血酸溶液(15 g/L)，用时现配。

3.3 标准溶液

3.3.1 砷标准贮存溶液：称取 0.662 2 g 基准三氧化二砷(预先于硫酸干燥器中干燥至恒重)，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.2.4)，溶解至清亮，用硫酸(3.2.1)中和至中性，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.3.2 砷标准溶液：移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.3.1)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 砷。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑，用 450 μ m 筛过筛，样品分筛上、筛下分别装袋。加工