

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 248.2—2007  
代替 YS/T 248.2—1994

---

### 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

Methods for chemical analysis of crude lead—  
Determination of tin content—  
Phenylfluorone photometric method and potassium iodate 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  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  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 2 部分。

本部分代替 YS/T 248.2—1994《粗铅化学分析方法 邻苯二酚紫光度法测定锡量》。与 YS/T 248.2—1994相比,本部分主要有如下变动:

- 改变了测定方法,采用两种方法测定锡量;
- 方法 1:采用苯基荧光分光光度法测定低含量的锡,用乙酸乙酯萃取分离消除铈的干扰。测定范围:0.01%~0.2%;
- 方法 2:采用碘酸钾滴定法测定高含量的锡。测定范围: $>0.2\% \sim 4.0\%$ ;
- 补充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。

本部分方法 1 由白银有色金属集团有限责任公司起草。

本部分方法 1 由湖南水口山有色金属集团有限公司、株洲冶炼集团有限责任公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:韦文辉、张瑞。

本部分方法 1 主要验证人:容波、李爱华、张东光。

本部分方法 2 由柳州华锡集团河池冶金化工厂起草。

本部分方法 2 由株洲冶炼集团有限责任公司、湖南水口山有色金属集团有限公司参加起草。

本部分方法 2 主要起草人:陆振义、程辉。

本部分方法 2 主要验证人:严伟强、宋丹卿、彭新湘、谭谦。

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 5119.2—1985、YS/T 248.2—1994。

# 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

### 方法 1 苯基荧光酮分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了粗铅中锡含量的测定方法。

本部分适用于粗铅中锡含量的测定。测定范围:0.01%~0.2%。

#### 2 方法原理

试样用硝酸溶解,加硫酸分离主体铅。在 0.5 mol/L 硫酸介质中,由高锰酸钾溶液将锡氧化成四价锡,与苯基荧光酮溶液显色,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

#### 3 试剂

##### 3.1 市售试剂

3.1.1 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

3.1.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.1.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.1.4 乙酸乙酯。

##### 3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+3)。

3.2.2 硫酸(1+1)。

3.2.3 硫酸(1+3)。

3.2.4 硫酸(5 mol/L)。

3.2.5 硫酸(2+98)。

3.2.6 硝酸硫酸混合溶液(1+1)。

3.2.7 溶样酸:100 g 酒石酸溶于 1 L 硝酸(3.2.1)中。

3.2.8 酒石酸溶液(50 g/L)。

3.2.9 硫氰酸铵溶液(500 g/L)。

3.2.10 尿素溶液(50 g/L)。

3.2.11 草酸溶液(0.01 mol/L)。

3.2.12 高锰酸钾溶液(10 g/L)。

3.2.13 抗坏血酸溶液(20 g/L,现用现配)。

3.2.14 聚乙烯醇溶液(5 g/L)。

3.2.15 苯基荧光酮溶液:0.15 g 苯基荧光酮溶于 10 mL 盐酸(1+1)溶液中,加无水乙醇稀释至 500 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。

3.2.16 溴代十六烷基三甲胺(CTAB)溶液:1.0 g 溴代十六烷基三甲胺溶于热水中稀释至 500 mL。