



# 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

## 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

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 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 砷铋钨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 砷铋钨蓝光度法测定砷量》。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 砷铋钨蓝光度法测定砷量》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。

# 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( $\rho$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ m 筛过筛,样品分筛上、筛下分别装袋。加工