



# 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 $\text{Na}_2\text{EDTA}$ 滴定法

Methods for chemical analysis of crude lead—  
Determination of lead content— $\text{Na}_2\text{EDTA}$  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 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 砷锑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<sub>2</sub> EDTA 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<sub>2</sub> EDTA 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( $\rho 1.84$  g/mL)。

3.1.4 盐酸( $\rho 1.19$  g/mL)。

3.1.5 氢溴酸( $\rho 1.49$  g/mL)。

3.1.6 硝酸( $\rho 1.42$  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<sub>2</sub> EDTA 溶液(0.005 mol/L)：将 Na<sub>2</sub> EDTA 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<sub>2</sub> EDTA)标准滴定溶液(0.025 mol/L)：