

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 240.1—2007
代替 YS/T 240.1—1994

铋精矿化学分析方法 铋量的测定 Na_2EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of bismuth concentrate—
Determination of bismuth 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 240《铋精矿化学分析方法》共分为 11 个部分：

- YS/T 240.1 铋精矿化学分析方法 铋量的测定 Na₂ EDTA 滴定法
- YS/T 240.2 铋精矿化学分析方法 铅量的测定 Na₂ EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法
- YS/T 240.3 铋精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法和重量法
- YS/T 240.4 铋精矿化学分析方法 三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- YS/T 240.5 铋精矿化学分析方法 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- YS/T 240.6 铋精矿化学分析方法 铁量的测定 重铬酸钾滴定法
- YS/T 240.7 铋精矿化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法
- YS/T 240.8 铋精矿化学分析方法 砷量的测定 DDTC-Ag 分光光度法和萃取-碘滴定法
- YS/T 240.9 铋精矿化学分析方法 铜量的测定 碘量法和火焰原子吸收光谱法
- YS/T 240.10 铋精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法
- YS/T 240.11 铋精矿化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法

本部分为第 1 部分。

本部分代替 YS/T 240.1—1994《铋精矿化学分析方法 EDTA 容量法测定铋》，与 YS/T 240.1—1994 相比，本部分主要有如下变动：

——对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。

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。

本部分由湖南柿竹园有色金属有限责任公司、广州有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人：鲁青庆、向德磊、方开垅。

本部分主要验证人：陈丽芳、戴凤英。

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：

——GB 3258.1—1982、YS/T 240.1—1994。

铋精矿化学分析方法

铋量的测定 Na₂EDTA 滴定法

1 范围

本部分规定了铋精矿中铋量的测定方法。

本部分适用于铋精矿中铋量的测定。测定范围:10%~40%。

2 方法提要

试料经盐酸,硝酸分解,高氯酸冒烟,在 pH1.5~pH1.7 稀酸溶液中,以二甲酚橙为指示剂,用 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定,测得铋的量。

在被测定溶液中,铅、锌、镉、一价铜、二价锰、砷、少量钴、镍、铝以及碱金属、碱土等元素不干扰测定。钨在酸性溶液中生产钨酸沉淀,不干扰测定。二价铜的干扰加硫脲消除;三价铁的干扰加抗坏血酸消除。含钼并同时存在砷、硅时,有时产生浑浊,加入适量酒石酸掩蔽,大于 1 mg 的砷能被抗坏血酸还原呈黑色而影响终点判定,采用控制抗坏血酸用量并在滴定至近终点时再调节 pH 的方法而克服。大于 1 mg 的锡,加少许氟化物消除干扰,大于 0.5 mg 的硒有干扰,但铋精矿中含锡及硒量甚微,可不考虑。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 抗坏血酸。

3.1.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.1.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.1.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(4+96)。

3.2.2 乙酸钠溶液(200 g/L)。

3.2.3 硫脲饱和溶液。

3.2.4 酒石酸溶液(100 g/L)。

3.2.5 磺基水杨酸溶液(200 g/L)。

3.2.6 硝酸(1+2)。

3.3 标准滴定溶液

3.3.1 铋标准溶液:称取 0.200 0 g 纯铋(质量分数 \geq 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加 15 mL 硝酸(3.2.6),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,煮沸赶尽氮的氧化物,取下冷却至室温,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用硝酸(3.2.1)吹洗表面皿及杯壁,并稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铋。

3.3.2 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液(0.01 mol/L):

3.3.2.1 配制:称取 3.8 g Na₂EDTA 置于 300 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,混匀。放置三天后标定。

3.3.2.2 标定:移取 25.00 mL 铋标准溶液(3.3.1)三份于一组 500 mL 三角烧杯中,加入 80 mL 水,加 0.2 g 抗坏血酸(3.1.1)、5 mL 硫脲饱和溶液(3.2.3)、5 mL 酒石酸溶液(3.2.4),摇匀,用 Na₂EDTA 标准滴定溶液(3.3.2)滴定至黄色变浅,加 3 滴~4 滴二甲酚橙溶液(3.4),用乙酸钠溶液(3.2.2)调节