

YS/T XXXX.8-202X

ICS 73.060

CCS D 42

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

铜冶炼分银渣化学分析方法

第8部分：铋含量的测定

Na2EDTA滴定法

Methods for chemical analysis of silver separating residue from copper smelting—

Part 8：Determination of bismuth content—

Na2EDTA titration method

(送审稿)

**前 言**

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件是YS/T 1314《铜冶炼分银渣化学分析方法》的第8部分。

YS/T 1314 已经发布了以下部分：

——第1部分: 金和银含量的测定 火试金法；

——第2部分: 铂和钯含量的测定 火试金法富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分: 铅含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第4部分: 锡含量的测定 碘酸钾滴定法；

——第5部分: 铜、锑、铋、硒、碲和锡含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件负责起草单位：北矿检测技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本文件起草单位：广东省韶关市质量计量监督检测所、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、中条山有色金属集团有限公司、浙江富冶集团有限公司、北矿检测技术有限公司、阳谷祥光铜业有限公司、江西铜业股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司。

本文件主要起草人：黄惠珠

铜冶炼分银渣化学分析方法

第8部分：铋含量的测定

Na2EDTA滴定法

1 范围

本文件规定了铜冶炼分银渣中铋含量的测定方法。

本文件适用于铜冶炼分银渣中铋含量的测定。测定范围：5.00%～27.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试料用硝酸、盐酸、高氯酸分解，氢溴酸挥发除去砷、锑、锡。用酒石酸、抗坏血酸、硫脲掩蔽少量的锑、锡、砷、铁、铜等元素，用乙酸钠调节pH值为1.5~1.7，以二甲酚橙为指示剂，用Na2EDTA标准滴定溶液滴定。

5 试剂

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。5.1 氟化铵。

5.2 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.3 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.4 高氯酸（ρ=1.67 g/mL）。

5.5 氢溴酸（ρ=1.49 g/mL）。

5.6 硝酸（5+95）。

5.7 酒石酸溶液（100 g/L）。

5.8 酒石酸-硝酸混合溶液：［将100 mL硝酸（3.1.2）加入到250 mL酒石酸溶液（3.1.7）， 用水稀至1000 mL）］。

5.9 磺基水杨酸溶液（200 g/L）。

5.10 抗坏血酸溶液（50 g/L）。

5.11 硫脲饱和溶液。

5.12乙酸钠溶液（300 g/L）。

5.13 铋标准溶液：称取0.500 0 g金属铋（*w*Bi≥99.99%）置于250 mL烧杯中，加15 mL水，25mL硝酸(5. 2)，盖上表面皿，低温加热溶解至完全，煮沸赶尽氮的氧化物，取下冷却至室温，用硝酸（5. 6）吹洗表面皿和杯壁，移入500mL容量瓶中，并用硝酸（5. 6）稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铋。

5.14 Na2EDTA标准滴定溶液（CNa2EDTA≈0.0050mol/L）

5.14.1 配制：称取1.85g乙二胺四乙酸二钠（C10H14N2O8 Na2·2H2O）于100mL烧杯中，加水溶解，移入1000mL容量瓶中，混匀，放置3天后标定。

5.14.2 标定：移取25.00mL铋标准溶液(5.13)四份于500mL三角烧杯中，加入120mL水、2mL抗坏血酸溶液（5.10）、5mL硫脲饱和溶液（5.11）和5mL酒石酸（5.7），混匀，用Na2EDTA标准滴定溶液（5.14）滴定至黄色变浅，用乙酸钠溶液（5.12）和硝酸（5.6）调节至pH1.5~1.7，加入5~6滴二甲酚橙溶液（5.15），继续用Na2EDTA标准滴定溶液（5.14）滴定至亮黄色为终点。随同铋标准溶液做空白试验。

Na2EDTA标准滴定溶液的浓度按式（1）计算：

…………………………………… (1)

式中：

*c*——­Na2EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（moL/L）；

*m*——分取铋标准溶液（5.13）的质量，单位为克（g）；

*V1*——滴定标准溶液时所消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为升（L）；

*V0*——滴定空白时所消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为升（L）；

209.0——铋的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/moL）。

测定值保留四位有效数字，其极差值不大于2×10-5 moL/L时，取其平均值，否则重新标定。

5.15 二甲酚橙溶液（1g/L），限二周内使用。

6 试样

6.1 试样粒度应不大于96 μm。

6.2 试样应在100℃～105℃烘干2 h，并置于干燥器中冷到室温备用。

7 试验步骤

7.1 试料

按照表1称取试样，精确至0.000 1g。

表1 试料质量和分取试液体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 锑质量分数  % | 试料量  g | 分取试液体积  mL |
| 5.0~10.0 | 0.50 | 50.00 |
| ＞10.0~20.0 | 0.50 | 25.00 |

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

将试料（7.1）置于250mL烧杯中，用少量水润湿，加入10 mL硝酸（5.2），盖上表面皿，低温加热溶解5 min，加入15mL盐酸（5.3），0.5 g氟化铵（5.1），继续加热3 min～5 min，加入5 mL高氯酸（5.4），加热至冒浓白烟，取下稍冷，加入5 mL氢溴酸（5.5），继续加热至冒高氯酸烟，取下稍冷，再次加入5mL氢溴酸（5.5），移至电热板低温处加热至近干，取下稍冷。

加入2 mL硝酸（5.2），加热至无棕红色烟冒出时取下，稍冷，加入50 mL酒石酸-硝酸混合溶液（5.8），盖上表面皿，加热微沸5 min后取下，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即干过滤,弃去初滤液，保留中段滤液。

按表1分取滤液于500 mL三角烧杯中，加入数滴磺基水杨酸溶液（5.9）至溶液明显呈红色，边摇动三角烧杯边逐滴加入抗坏血酸（5.10）至红色消失；加水至约150 mL，加入5 mL饱和硫脲溶液（5.11），混匀，用Na2EDTA标准滴定溶液（5.14）滴定至黄色变浅，用乙酸钠溶液（5.12）和硝酸（5.6）调节至pH1.5~1.7，加5～6滴二甲酚橙指示剂（5.15），继续用Na2EDTA标准滴定溶液（5.14）滴定至由红色变亮黄色为终点。

8 试验数据处理

铋含量以铋的质量分数*wBi*计，数值以百分数表示，按公式（2）计算：

………………………………… (2)

式中：

*c*——Na2EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V2*——滴定试样溶液时所消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V3*——滴定空白溶液时所消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V4*——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

209.0——铋的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*m0*——试样的质量，单位为克（g）；

*V5*——分取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）。

所得结果保留两位小数，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wBi*/ % | 4.46 | 9.78 | 11.86 | 16.66 | 21.52 | 26.81 |
| *r*/ % | 0.182 | 0.244 | 0.278 | 0.246 | 0.294 | 0.264 |

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wBi*/ % | 4.46 | 9.78 | 11.86 | 16.66 | 21.52 | 26.81 |
| *R*/ % | 0.35 | 0.447 | 0.365 | 0.511 | 0.539 | 0.523 |

10 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的文件（YS/T 1314.8-202x）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_