ICS 77.120.99

CCS H 13

　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

**YS/T 240.1—202X**

代替YS/T 240.1—2007



中华人民共和国有色金属行业标准

铋精矿化学分析方法

第1部分：铋含量的测定

Na2EDTA滴定法

**Methods for chemical analysis of bismuth concentrate—**

**Part 1：Determination of bismuth content —**

**Na2EDTA titration method**

（报批稿）

（预审稿）

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。

本文件是YS/T 240《铋精矿化学分析方法》的第1部分。YS/T 240已经发布了以下部分：

——第1部分：铋含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅含量的测定 Na2EDTA滴定法和火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：二氧化硅含量的测定 硅蓝分光光度法和重量法；

——第4部分：三氧化钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第5部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第6部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第7部分：硫含量的测定 燃烧-中和滴定法；

——第8部分：砷含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和DDTC-Ag 分光光度法；

——第9部分：铜含量的测定 碘量法和火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：三氧化二铝含量的测定 铬天青S光度法和Na2EDTA滴定法；

——第11部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件代替YS/T 240.1-2007《铋精矿化学分析方法铋量的测定 Na2EDTA滴定法》，与YS/T 240.1-2007相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）更改了测定范围，测定范围由10.00%～40.00%更改为10.00%～60.00%；

b）增加了试剂，在溶样中加入了氟化氢铵解决含硅高的铋精矿的溶解问题；

c）更改了称样量，将原来的称取0.20g试样，溶样后定容100mL，分取25mL滴定，更改为为称取0.20试样，溶样后直接滴定；

d）更改了精密度数据。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：北矿检测技术股份有限公司、 。

本文件主要起草人： 。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 3258.1-1982、YS/T 240.1-1994、YS/T 240.1-2007。

——本次为第3次修订。

引 言

铋精矿是提炼铋的主要原料，在有色领域标准体系中，铋精矿化学成分测定方法标准在保证铋精矿产品质量方面发挥着里要作用，该系列方法标准服务于铋精矿的生产、贸易和应用，为我国有色金属行业高质量发展提供技术支撑。YS/T 240《铋精矿化学分析方法》目的在于描述铋精矿中铋、铅、钼、二氧化硅、三氧化钨、铁、硫、砷、三氧化二铝、银等不同化学元素成分的测定方法。为满足行业对铋精矿产品的生产、贸易以及资源回收利用的要求，增加检测结果的可靠性和可比性，采用Na2EDTA滴定法快速准确测定铋精矿中铋含量的测定具有重要意义。

YS/T 240已经发布了以下部分：

——第1部分：铋含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅含量的测定 Na2EDTA滴定法和火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：二氧化硅含量的测定硅蓝分光光度法和重量法；

——第4部分：三氧化钨含量的测定硫氰酸盐分光光度法；

——第5部分：钼含量的测定硫氰酸盐分光光度法；

——第6部分：铁含量的测定重铬酸钾滴定法；

——第7部分：硫含量的测定燃烧-中和滴定法；

——第8部分：砷含量的测定硫酸亚铁铵滴定法和DDTC-Ag 分光光度法；

——第9部分：铜含量的测定碘量法和火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：三氧化二铝含量的测定铬天青S光度法和Na2EDTA滴定法；

——第11部分：银含量的测定火焰原子吸收光谱法。

本文件能够满足国内外铋精矿产品中多种元素的检测需求，将铋含量的测定范围由10.00%～40.00%扩大到10.00%～60.00%，同时，在溶样过程中加入了氟化氢铵来解决含硅高的铋精矿的溶解问题，提高了铋精矿中铋含量测定的准确性，对贸易结算和指导生产以及资源回收利用具有重要的现实性和必要性。

铋精矿化学分析方法

第1部分：铋含量的测定

Na2EDTA滴定法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全

问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家相关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了铋精矿中铋含量的测定方法。

本文件适用于铋精矿中铋含量的测定。测定范围：10.00%～60.00%。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经盐酸、硝酸、氟化氢铵和高氯酸分解，在pH为1.5～1.7的稀酸溶液中，以二甲酚橙为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠（Na2EDTA）标准滴定溶液滴定，测得铋的量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂。

5.1 水，符合GB/T 6682，二级及以上纯度。

5.1 盐酸（*ρ*=1.19g/mL）。

5.2 硝酸（*ρ*=1.42g/mL）。

5.3 高氯酸（*ρ*=1.67g/mL）。

5.4硝酸（1+2）。

5.5硝酸（4+96）。

5.6乙酸钠饱和溶液。

5.7硫脲饱和溶液。

5.8酒石酸溶液（100g/L）。

5.9 磺基水杨酸溶液（100g/L）。

5.10 Na2EDTA标准滴定溶液。按以下步骤进行配制和标定：

a）配制：称取4.6g Na2EDTA置于300 mL烧杯中，加水微热溶解，冷却至室温，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。放置三天后标定。

b) 标定：称取0.120g（精确至0.0001g）金属铋（*w*Bi≥99.99%）三份，分别置于三个500mL三角烧杯中，加入15mL硝酸（5.4），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。加入约200 mL水，加入0. 2g抗坏血酸、5mL硫脲饱和溶液（5.7）、5mL酒石酸溶液（5.8），摇匀，用Na2EDTA标准滴定溶液（5.10）滴定至黄色变浅，加3滴～4滴二甲酚橙指示剂（5.11），用乙酸钠饱和溶液（5.6）调节pH为1.5～1.7（用pH计或精密pH试纸检验），继续用Na2EDTA标准滴定溶液（5.10）滴定至红色变为亮黄色为终点。

按公式（1）计算Na2EDTA标准滴定溶液的浓度：

*c*=**……………………………………………………………（1）

式中：

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

*m*0——标定时称取金属铋的质量，单位为克（g）；

*V*1——滴定标准溶液时所消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0——滴定空白时所消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

208.98——铋的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

取三次标定结果的平均值作为标准滴定溶液的浓度，保留四位有效数字。三次标定结果的极差值应不大于3×10-5mol/mL，否则重新标定。

5.11二甲酚橙溶液（2 g/L）。

6 样品

6.1样品粒度应不大于0.100mm。

6.1 样品应在100℃～105℃烘1h，置于干燥器中冷却至室温。

7 试验步骤

7.1 试料

称取0.20 g样品（6），精确至0.0001 g。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白实验。

7.4 测定

7.4.1将试料（7.1）置于500mL三角烧杯中，用少量水润湿。加入10mL盐酸（5.1），低温加热溶解，蒸发至3mL～5mL，加入5mL硝酸（5.2）、0.3g氟化氢铵，继续加热溶解，蒸发至3mL～5mL，加入3mL高氯酸（5.3），升高温度蒸至冒浓烟，取下稍冷，加入10 mL硝酸（5.4），用硝酸（5.5）吹洗杯壁及表皿，加热煮沸使可溶性盐类溶解，取下，冷却至室温。

7.4.2加入约200 mL水，加入0. 2g抗坏血酸、5mL硫脲饱和溶液（5.7）、5mL酒石酸溶液（5.8），摇匀，用Na2EDTA标准滴定溶液（5.10）滴定至黄色变浅，加3滴~4滴二甲酚橙溶液（5.11），用乙酸钠饱和溶液（5.6）调节pH为1.5~1.7（用pH计或精密pH试纸检验），继续用Na2EDTA标准滴定溶液（5.10）滴定至红色变为亮黄色为终点。

注：含碲量大于1mg时，为控制抗坏血酸的用量，在其加入之前，加2滴磺基水杨酸溶液（5.9），分次逐渐加入抗坏血酸至红色消失，以下按7.4.2操作。

8 试验数据处理

铋含量以铋的质量分数*w*Bi计，按公式（2）计算：

*w*Bi=**………………………………………………（2）

式中：

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

*V*2——测定时，试液消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*3——测定时，空白试料溶液消耗的Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

208.98——铋的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后2位。

9 精密度

9.1 重复性

精密度数据是在年由家实验室对铋含量的个不同水平进行共同试验确定的。测量的原始数据见表A.1。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表1给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限（*r*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Bi/% | 11.23 | 29.19 | 41.09 | 57.98 |
| *r*/% |  |  |  |  |

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，在表2给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2再现性限（*R*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Bi/% | 11.23 | 29.19 | 41.09 | 57.98 |
| *R*/% |  |  |  |  |

10 试验报告

试验报告至少给出以下内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

附录