



中华人民共和国国家标准

GB/T 15926—1995

铋矿石化学分析方法 EDTA 容量法测定铋量

Method for chemical analysis of bismuth ores—
Determination of bismuth content—
EDTA complexometric titration

1995-12-20 发布

1996-08-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

铋矿石化学分析方法 EDTA 容量法测定铋量

GB/T 15926—1995

Method for chemical analysis of bismuth ores—

Determination of bismuth content—

EDTA complexometric titration

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铋矿石中铋含量的测定方法。

本标准适用于铋矿石中铋含量的测定,测定范围:0.1%以上。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 3258.1 铋精矿化学分析方法 EDTA 容量法测定铋

3 方法提要

试样用盐酸、硝酸、高氯酸分解,在 pH1.5~2.0 的硝酸介质中,用抗坏血酸还原钒(V)和铁(Ⅲ),用硫脲、酒石酸掩蔽铜、锑、锡、钍、钼、铌、钽等的干扰,用二甲酚橙指示剂,以 EDTA 标准溶液进行滴定,溶液由紫红色变为亮黄色即为终点,计算铋量。

4 试剂

4.1 抗坏血酸。

4.2 盐酸(ρ 1.18 g/mL)。

4.3 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.4 高氯酸(ρ 1.75 g/mL)。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 硝酸(1%)。

4.7 氨水(1+1)。

4.8 氨水(2%)。

4.9 硫脲溶液(60 g/L)。

4.10 酒石酸溶液(100 g/L)。

4.11 乙酸钠溶液(200 g/L)。

4.12 EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA})=0.005 \text{ mol/L}$]:称取 1.86 g 乙二胺四乙酸二钠,置于 400 mL 烧杯中,加水溶解后,移入试剂瓶中,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.13 铋标准溶液 称取 1.000 0 g 金属铋(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 硝

国家技术监督局 1995-12-20 批准

1996-08-01 实施

酸(4.5),置于电热板上低温溶解后,用水吹洗表皿,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液浓度0.001 0 g/mL。

4.14 标定

移取20.00 mL铋标准溶液(4.13)三份,分别置于250 mL烧杯中,加水至80 mL,加入0.2~0.5 g抗坏血酸(4.1),搅拌使其溶解,加入10 mL硫脲溶液(4.9),5 mL酒石酸溶液(4.10),搅匀,用EDTA标准溶液(4.12)滴定至溶液为浅黄色,加5滴二甲酚橙指示剂(4.15),滴加乙酸钠溶液(4.11)调至pH 1.5~1.7(溶液由橙黄色变为橙红色用精密pH试纸检查),加水至200 mL,继续用EDTA标准溶液(4.12)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。(滴定时三份溶液所消耗的EDTA标准溶液的极差值不应超过0.1 mL,否则需重新标定),取三份溶液数据的算术平均值。并同时空白试验。

按式(1)计算1 mL EDTA标准溶液相当于铋的量:

$$T = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——1 mL EDTA标准溶液相当铋的量, g/mL;

m ——所取铋标准溶液的铋量, g;

V ——滴定所消耗的EDTA标准溶液的体积(平均值), mL;

V_0 ——空白溶液滴定时所消耗的EDTA标准溶液的体积, mL。

4.15 二甲酚橙指示剂(1 g/L)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表1称取试样。

表 1

含 量 (%)	称样重量 (g)	分取溶液 (mL)
>0.1~1	1.000 0±0.001	全用
>1~3	1.000 0±0.001	25
>3~5	0.500 0±0.000 5	25
>5	0.200 0±0.000 3	25

5.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验。

5.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

5.4 测定

5.4.1 一般矿种(适用于含干扰元素少的,含量较高的试料)

5.4.1.1 将试料(5.1)置于150 mL烧杯中,用水润湿,加入15 mL盐酸(4.2),盖上表皿,置于电热板上加热溶解,使硫化氢气体逸出,并蒸至5 mL左右,取下,加入10 mL硝酸(4.3)、2 mL高氯酸(4.4),继续加热至试样分解完全,并蒸至冒高氯酸浓烟。取下,稍冷,加8 mL硝酸(4.3),放置片刻浸取盐类,加20 mL水,加热至沸溶解盐类,冷却,用硝酸(4.6)吹洗表皿,将溶液移入100 mL容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀、澄清。

5.4.1.2 移取25.00 mL清液置于250 mL烧杯中,加水至80 mL,加入0.5 g抗坏血酸(4.1),搅拌使其溶解,加入10 mL硫脲溶液(4.9)、5 mL酒石酸溶液(4.10),搅匀,用EDTA标准溶液(4.12)滴定至

浅黄色,加5滴二甲酚橙指示剂(4.15),滴加乙酸钠溶液(4.11)调至 pH1.5~1.7(溶液由橙黄色变为橙红色,用精密 pH 试纸检查),加水至 200 mL,继续用 EDTA 标准溶液(4.12)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。

5.4.2 复杂矿种(适用于铜、钨、钼含量较高,铋量在 1%以下试料)

5.4.2.1 称取 1.0 g 试样置于 150 mL 烧杯中,用水润湿,加入 15 mL 盐酸(4.2),盖上表皿,置于电热板上加热溶解,使硫化氢气体逸出,并继续蒸至 5 mL 左右,取下,加入 10 mL 硝酸(4.3)、2 mL 高氯酸(4.4),继续加热分解试样,并蒸至冒高氯酸白烟,取下,加 5 mL 硝酸(4.3),加 20 mL 水,煮沸溶解盐类,用定性滤纸过滤,滤液用 250 mL 烧杯承接,并用硝酸洗液(4.6)洗涤烧杯、漏斗各 5 次,溶液体积控制在 50 mL 左右。

5.4.2.2 将溶液加热至沸,稍冷,用氨水(4.7)中和至有明显的氢氧化铁沉淀,再过量 5 mL 氨水(4.7),加热煮沸,趁热用定性滤纸过滤,用稀氨水(4.8)洗涤沉淀烧杯各 4 次。

5.4.2.3 用热硝酸(4.5)溶解沉淀于原烧杯中,并用硝酸(4.6)洗涤滤纸 8 次,向溶液中加入 0.5~0.7 mL 高氯酸(4.4),将烧杯置于电热板上蒸发至冒白烟,取下,加入 2 mL 硝酸(4.5),用少量水吹洗杯壁,加热溶解盐类,加水至 80 mL,以下按分析步骤(5.4.1.2)进行滴定。

6 分析结果的计算

按式(2)计算铋的含量

$$W_{\text{Bi}}/\% = \frac{(V_1 - V_0) \times T \times V_3}{m_s \times V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_1 ——滴定所消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验(5.2)所消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL;

T ——1 mL EDTA 标准溶液相当于铋的量, g/mL;

V_2 ——分取试液体积, mL;

V_3 ——试液总体积, mL;

m_s ——试料, g。

7 精密度

表 2

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
0.20~5.25	$r=0.022+0.018\ 6\ m$	$R=0.043\ 2+0.020\ 3\ m$

附加说明:

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心技术归口。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人黄会平。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铋矿石化学分析方法
EDTA 容量法测定铋量
GB/T 15926—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1996 年 8 月第一版 1996 年 8 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-12472 定价 8.00 元

*

标 目 289—104



GB/T 15926—1995