



中华人民共和国国家标准

GB/T 15926—2010
代替 GB/T 15926—1995

铋矿石化学分析方法 铋量测定

Method for chemical analysis of bismuth ores—
Determination of bismuth content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 15926—1995《铋矿石化学分析方法 EDTA 容量法测定铋量》。

本标准与 GB/T 15926—1995 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的中英文名称;
- 增加了警示、警告的内容;
- 增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求;
- 增加了对试样粒径及其干燥的要求;
- 增加了验证试验内容。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:湖北省地质实验研究所。

本标准主要起草人:熊玉祥、唐兴敏、赵先球。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15926—1995。

铋矿石化学分析方法

铋量测定

警示:使用本标准的人员应该有正规实验室工作的实践经验。本标准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,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了铋矿石中铋量的测定方法。

本标准适用于铋矿石中铋量的测定。

测定范围:0.1%以上的铋。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试料经盐酸、硝酸、高氯酸分解,在 pH 值 1.5~2.0 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、铈、铈等的干扰,用二甲酚橙指示剂,以 EDTA 标准溶液进行滴定,由消耗 EDTA 标准溶液的量,计算铋量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 抗坏血酸。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。警告:易爆品,小心操作!

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 硝酸(1+99)。

4.7 氨水(1+1)。

4.8 氨水(2+98)。

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 铋标准储备溶液:称取 1.000 0 g 金属铋(质量分数 $\geq$ 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(4.5),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 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸(4.6)吹洗表面皿及杯壁,并稀释至刻度,摇匀。此溶液中铋的质量浓度为 1.0 mg/mL。

4.13 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(0.005 mol/L);

- a) 配制:称取 1.860 g 乙二胺四乙酸二钠置于 400 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。
- b) 标定:移取 20.00 mL 铋标准储备溶液(4.12)三份于一组 250 mL 三角烧杯中,加水至 80 mL,加 0.2 g~0.5 g 抗坏血酸(4.1)、10 mL 硫脲溶液(4.9)、5 mL 酒石酸溶液(4.10),摇匀,用 EDTA 标准滴定溶液[4.13a)]滴定至溶液为浅黄色,加 5 滴二甲酚橙溶液(4.14),滴加乙酸钠溶液(4.11)调节 pH 值 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[4.13a)]滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。同时标定三份,按式(1)计算 EDTA 标准溶液的因子 f ,并同时进行空白试验。

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

式中:

- f ——EDTA 标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);
- m ——铋的质量,单位为克(g);
- V ——滴定铋溶液消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——滴定空白溶液消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.14 二甲酚橙溶液(1.0 g/L)。

5 试样

- 5.1 试样粒径应小于 74 μm 。
- 5.2 试样在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

根据试样中铋的含量,按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量

铋的含量/%	试料量/g	分取溶液/mL
>0.1~1	1.0	全用
>1~3	1.0	25.00
>3~5	0.5	25.00
>5	0.2	25.00

6.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

6.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

6.4 试料分解与测定

6.4.1 一般矿种

适用于含干扰元素少,铋量较高的试料。

6.4.1.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加适量水润湿。加入 15 mL 盐酸(4.2),盖上表面皿,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),继续加热至试料分解完全,并蒸发至冒高氯酸浓烟。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)吹洗表面皿,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,澄清。

6.4.1.2 分取 25.00 mL 清液(6.4.1.1)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(4.13)滴定至浅黄色,加 5 滴二甲酚橙溶液(4.14),滴加乙酸钠溶液(4.11)调至 pH 值 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(4.13)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。

6.4.2 复杂矿种

适用于铜、钨、钼含量较高,铋量在 1%以下的试料。

6.4.2.1 称取 1.000 0 g 试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加适量水润湿。加入 15 mL 盐酸(4.2),盖上表面皿,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),继续加热至试料分解完全,并蒸发至冒高氯酸白烟。取下,加 5 mL 硝酸(4.3),加 20 mL 水,加热至沸溶解盐类,用定性滤纸过滤,滤液用 250 mL 烧杯承接,并用硝酸(4.6)吹洗烧杯、漏斗各 5 次,溶液体积控制在 50 mL 左右。

6.4.2.2 将溶液(6.4.2.1)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,加热煮沸,趁热用定性滤纸过滤,用氨水(4.8)洗涤沉淀、烧杯各 4 次。

6.4.2.3 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 mL~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(6.4.1.2)进行滴定。

7 结果计算

铋量以质量分数 $w(\text{Bi})$ 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w(\text{Bi}) = \frac{(V_1 - V_0)f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——滴定试料溶液消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

f ——EDTA 标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);

m ——试料称取的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

8 精密度

铋矿石中铋量测定结果的精密度见表 2。

表 2 精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
0.20~5.25	$r=0.022+0.0186m$	$R=0.0432+0.0203m$