

ICS 77.120.99
H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 240.9—2007
代替 YS/T 240.9—1994
YS/T 240.12—1994

YS/T 240.9—2007

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

Methods for chemical analysis of bismuth concentrate—
Determination of lead content—
Iodometric method and the flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
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 240.9—2007

*

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

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

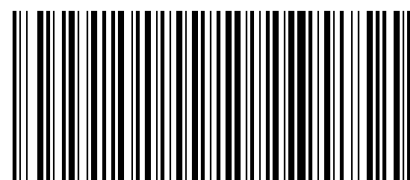
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

*

书号:155066·2-17959 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



YS/T 240.9-2007

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 9 部分。

本部分代替 YS/T 240.9—1994《铋精矿化学分析方法 碘量法测定铜》和 YS/T 240.12—1994《铋精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅、铜》中铜量的测定部分。与 YS/T 240.9—1994、YS/T 240.12—1994 相比,本部分主要有如下变动：

——对原标准的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。

本部分由广州有色金属研究院起草。

本部分由湖南柿竹园有色金属有限责任公司、株洲冶炼集团有限责任公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：戴凤英、岳伟、苏德。

本部分方法 1 主要验证人：王周林、曾凌云。

本部分方法 2 主要起草人：刘天平、张心红、章执中。

本部分方法 2 主要验证人：尹哲、文颢。

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/T 3258.9—1982、GB/T 3258.12—1982、YS/T 240.9—1994、YS/T 240.12—1994。

12 仪器

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

特征浓度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 $0.025 \mu\text{g/mL}$ 。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;

用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

原子吸收光谱仪参考工作条件:波长 324.7 nm ;灯电流 2.0 mA ;化学计量火焰,在原子化区测定。

13 试样

13.1 试样粒度小于 0.100 mm 。

13.2 试样在 $100^\circ\text{C} \sim 105^\circ\text{C}$ 烘 1 h,置于干燥器中冷至室温。

14 分析步骤

14.1 试料

按表 3 称取试料,精确至 0.0001 g 。

表 3

铜质量分数/%	试料量/g	试液总体积/ mL	分取试液体积/ mL	补加硝酸量/ mL	测定试液体积/ mL
0.05~0.25	0.2	100	—	—	100
>0.25~1.00	0.2	100	10.00	5	50
>1.00~5.00	0.1	100	5.00	5	50

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于 100 mL 烧杯中,加少量水润湿。加入 $8 \text{ mL} \sim 10 \text{ mL}$ 硝酸(11.1.1),盖上表面皿,置于电热板低温处加热将试料分解完全,蒸至近干,取下冷却。加 10 mL 硝酸(11.2.1),用水吹洗表面皿及杯壁,加热使盐类溶解完全至清亮,取下冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

14.3.2 按表 1 分取试液于相应容量瓶中,补加相应硝酸(11.2.1)。用水稀释至刻度,混匀。

14.3.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以水调零,测量试液的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜浓度。

14.4 工作曲线的绘制

14.4.1 分别移取 0 mL 、 1.00 mL 、 2.00 mL 、 3.00 mL 、 4.00 mL 、 5.00 mL 铜标准溶液(11.3.2)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(11.2.1),用水稀释至刻度,混匀。

14.4.2 在与试料测定相同条件下测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以铜浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

15 分析结果的计算

按式(3)计算铜的质量分数 w_{Cu} ,数值以%表示:

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

方法 1 碘量法

1 范围

本部分规定了铋精矿中铜量的测定方法。

本部分适用于铋精矿中铜量的测定。测定范围: $>5.00\% \sim 22.00\%$ 。

2 方法提要

试料用硝酸、盐酸溶解,加硫酸加热至冒烟,在 $\text{pH}3 \sim \text{pH}4$ 的氯化氢铵介质中,加入碘化钾与铜生成碘化亚铜沉淀,游离出碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定至蓝色消失为终点。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 碘化钾。

3.1.2 氟化氢铵。

3.1.3 硫氰酸钾。

3.1.4 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.1.5 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.1.6 氨水($\rho 0.90 \text{ g/mL}$)。

3.2 溶液

3.2.1 硫酸(1+1)。

3.2.2 饱和溴水溶液。

3.2.3 硝酸(1+1)。

3.3 标准滴定溶液

3.3.1 配制:称取 5.0 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)用 200 mL 预先煮沸过的冷水溶解,用煮沸过的冷水稀释至 1000 mL ,摇匀。放置 1 周,用脱脂棉过滤。

3.3.2 标定:称取 0.1000 g 纯铜(质量分数 $\geq 99.9\%$)置于 500 mL 锥形瓶中,用 10 mL 硝酸(3.2.3)、 4 mL 硫酸(3.2.1)加热溶解,蒸发至冒硫酸烟,使残渣呈湿润状态,取下冷却。以下按 5.3.3~5.3.5 进行。

按式(1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m_1}{63.55 \times V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

m_1 ——称取纯铜的质量,单位为克(g);

V_1 ——滴定时所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);