

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1014.1—2014

三氧化二铋化学分析方法 第 1 部分：三氧化二铋量的测定 Na₂EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of bismuth trioxide—
Part 1: Determination of bismuth trioxide content—
Na₂EDTA titrimetric method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 1014《三氧化二铋化学分析方法》分为 5 个部分：

- 第 1 部分：三氧化二铋量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：银、铜、镁、镍、钴、锰、钙、铁、镉、铅、锌、铋、铝、钠、硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：氯量的测定 氯化银比浊法；
- 第 4 部分：灼烧减量的测定 重量法；
- 第 5 部分：水分量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 1014 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司。

本部分参加起草单位：广州有色金属研究院、河南豫光金铅股份有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人：姜晴、向德磊、戴凤英、谢辉、孔建敏、周君玲、朱赞芳、王凯凯、刘娟、庞文林。

三氧化二铋化学分析方法

第 1 部分：三氧化二铋量的测定

Na₂EDTA 滴定法

1 范围

YS/T 1014 的本部分规定了三氧化二铋中三氧化二铋量的测定方法。
本部分适用于三氧化二铋中三氧化二铋量的测定,测定范围:≥98.0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,用乙酸钠调节 pH 值在 1.5~1.7 之间,以二甲酚橙为指示剂,用 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定,测得三氧化二铋的量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 抗坏血酸。

3.2 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)。

3.3 硝酸(5+95)。

3.4 硫脲饱和溶液。

3.5 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.6 无水乙酸钠溶液(200 g/L)。

3.7 Na₂EDTA 标准滴定溶液(约 0.020 mol/L)。

3.7.1 配制:称取 7.60 g 乙二胺四乙酸二钠于 300 mL 烧杯中,加水微热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置三天后标定。

3.7.2 标定:称取 0.197 g 金属铋($w_{\text{Bi}}\geq 99.99\%$)(精确至 0.000 1 g)5 份,分别置于 500 mL 三角烧杯中,加入 5.0 mL 酒石酸溶液(3.5),再加入 10 mL 硝酸(3.2),低温加热溶解完全,蒸发至 5 mL 左右,取下,用水冲洗表皿与杯壁,加入 0.5 g 抗坏血酸(3.1)、5.0 mL 硫脲饱和溶液(3.4)、100 mL 水,摇匀。以下同 6.4.2。随同标定做空白试验。

按式(1)计算 Na₂EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{1\,000 \times m_0}{(V_1 - V_0) \times 208.98} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

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

m_0 ——标定时称取铋的质量,单位为克(g);

208.98——铋的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

V_1 ——标定时,滴定铋溶液所消耗的 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——标定时,滴定空白溶液消耗的 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。