



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 240.4—2007
代替 YS/T 240.4—1994

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

Methods for chemical analysis of bismuth concentrate—
Determination of tungsten trioxide content—
Thiocyanate spectrophotometric method

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 4 部分。

本部分代替 YS/T 240.4—1994《铋精矿化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定三氧化钨》。与 YS/T 240.4—1994 相比,本部分主要有如下变动:

——对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。

本部分由湖南柿竹园有色金属有限责任公司、江西赣州精选厂起草。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司、广州有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人:尹哲、廖国宝、司徒兼明。

本部分主要验证人:彭新湘、戴凤英。

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 3258.4—1982、YS/T 240.4—1994。

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

1 范围

本部分规定了铋精矿中三氧化钨量的测定方法。

本部分适用于铋精矿中三氧化钨量的测定。测定范围:0.01%~5.00%。

2 方法提要

试样以碳酸钠-过氧化钠熔融分解,用水浸出熔融物,过滤,使钨与大部分的铁、锰、铜、铋、铅、银、钙等分离。然后在盐酸溶液中,用二氯化锡-三氯化钛将钨还原为五价,以硫氰酸盐为显色剂,生成黄色的钨硫氰酸盐络合物,该络合物用环己烷-乙酸丁酯萃取,于分光光度计 430 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 氯化铵。

3.1.2 无水碳酸钠。

3.1.3 过氧化钠。

3.1.4 硫酸联氨。

3.1.5 次磷酸钠。

3.2 溶液

3.2.1 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。

3.2.2 二氯化锡溶液(15 g/L):称取 15 g 二氯化锡($\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶解于 550 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)中,再加 450 mL 水,混匀。

3.2.3 三氯化钛溶液(3%):400 mL 盐酸(5.5+4.5)加 100 mL 三氯化钛(15%),过滤后加 10 颗~20 颗锌汞齐,贮存于棕色瓶中

3.2.4 环己烷-乙酸丁酯(7+3)。

3.2.5 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.2.6 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

3.3 标准溶液

3.3.1 三氧化钨标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 预先在 750℃ 马弗炉灼烧过 20 min 并于干燥器中冷至室温的三氧化钨(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 氢氧化钠溶液(3.2.5),加热溶解,冷却后移入 1 L 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(3.2.6)定容。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 三氧化钨。

3.3.2 三氧化钨标准溶液:移取 100.00 mL 三氧化钨标准贮存溶液于 1 L 容量瓶中。用氢氧化钠溶液(20 g/L)稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 50 μg 三氧化钨。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 试样粒度小于 0.100 mm。