



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 240.8—2007
代替 YS/T 240.8—1994

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

Methods for chemical analysis of bismuth concentrate—
Determination of arsenic content—
DDTC-Ag spectrophotometric method and the extraction-
iodometric 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 8 部分。

本部分代替 YS/T 240.8—1994《铋精矿化学分析方法 碘量法测定砷量》。与 YS/T 240.8—1994 相比,本部分主要有如下变动:

- 采用两种方法测定铋精矿中的砷量;
- 方法 1 为新增方法;
- 方法 2 是对 YS/T 240.8—1994 的修订。测定范围改为 $>1.00\% \sim 10.00\%$;
- 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。

本部分方法 1 由广州有色金属研究院起草。

本部分方法 1 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、刘天平、王津。

本部分方法 1 主要验证人:陈丽芳、黎益群。

本部分方法 2 由株洲冶炼集团有限责任公司起草。

本部分方法 2 由湖南水口山有色金属集团有限责任公司、广州有色金属研究院参加起草。

本部分方法 2 主要起草人:耿多峰、蔡军、方开垅。

本部分方法 2 主要验证人:潘仁球、麦丽碧。

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 3258.8—1982、YS/T 240.8—1994。

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

方法 1 DDTC-Ag 分光光度法

1 范围

本部分规定了铋精矿中砷量的测定方法。

本部分适用于铋精矿中砷量的测定。测定范围:0.010%~1.00%。

2 方法提要

试样用硝酸溶解,加硫酸加热至冒白烟,于 2 mol/L 盐酸、0.8 mol/L 硫酸介质中,在碘化钾、二氯化锡存在下,加入无砷锌粒,使砷成砷化氢气体逸出,用 DDTC-Ag 三氯甲烷溶液作吸收剂,还原 DDTC-Ag 盐中银成酒红色单质胶状银,于分光光度计 530 nm 处测定其吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 无砷锌粒:直径为 1 mm~3 mm。

3.1.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.1.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.1.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 硫酸(1+1)。

3.2.3 氢氧化钠溶液(40 g/L)。

3.2.4 碘化钾溶液(200 g/L)。

3.2.5 二氯化锡溶液(200 g/L):称取 20 g 二氯化锡溶于 50 mL 盐酸(3.1.4)中,加水至 100 mL,混匀。用时现配。

3.2.6 DDTC-Ag-三氯甲烷溶液(3 g/L):称取 0.9 g DDTC-Ag 于 500 mL 烧杯中,加入 290 mL 三氯甲烷及 10 mL 三乙醇胺,搅拌使其溶解,用脱脂棉过滤于棕色试剂瓶中。

3.2.7 乙酸铅脱脂棉:称取 10 g 乙酸铅溶于含有 10 滴冰乙酸的 100 mL 水中,将 20 g 脱脂棉浸入其中,2 h 后取出,晾干备用。

3.3 标准溶液

3.3.1 砷标准贮存溶液:准确称取 0.1321 g 预先在硫酸干燥器中干燥的三氧化二砷基准试剂,置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.2.3),低温加热溶解,取下,冷却,加 70 mL 水、5 mL 硫酸(3.2.2),混匀。移入 1 L 容量瓶中,以水定容,摇匀,此溶液 1 mL 含砷 0.1 mg。

3.3.2 砷标准溶液:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.3.1)置于 1 L 容量瓶中,用水定容,摇匀,此溶液 1 mL 含砷 1 μ g。