

铜及铜合金化学分析方法 铋量的测定

代替 GB 5121.6-85
GB 5122.18-85
GB 6520.3-86
GB 8002.11-87
GB 8530.11-87

Copper and copper alloys—Determination of bismuth content

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中铋含量的测定方法。

本标准适用于铜及铜合金中铋含量的测定,测定范围:0.000 50%~0.004 0%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4-88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467-78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728-87 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法提要

不含锡、硅的试料用硝酸溶解;含锡、硅的试料用混合酸溶解。用二氧化锰共沉淀富集铋,沉淀用盐酸溶解后,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.1 nm 处测量铋的吸光度。

4 试剂

4.1 过氧化氢(30%)。

4.2 氨水(ρ 1.90 g/mL)。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 硝酸(2+98)。

4.6 混合酸:将硝酸(ρ 1.42 g/mL)、水、氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)按(49+49+2)体积比混合于塑料杯中。

4.7 硝酸锰溶液:1 单位体积硝酸锰(50%)与 4 单位体积水混匀。

4.8 高锰酸钾溶液(10 g/L)。

4.9 铋标准溶液:称取 0.100 0 g 纯铋置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)的 1 000 mL 容量瓶中,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铋。

5 仪器

原子吸收光谱仪,附铋空心阴极灯。

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:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铋的特征浓度应不大于 0.12 μ 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 0.8。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铋含量, %	试料量, g	硝酸(4.3), mL
0.000 50~0.001 0	5.000	50
>0.001 0~0.004	2.500	25

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料作空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(4.3)或混合酸,盖上表皿,加热使试料完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,以水洗涤表皿及杯壁,稀释至体积约 50 mL。当试料含有硅、锡时,试料用混合酸溶于聚四氟乙烯烧杯中。

6.3.2 用氨水中和至出现混浊且经搅拌不消失,然后滴加硝酸(4.3)至沉淀恰好溶解,再过量 10 mL,加入 10 mL 硝酸锰溶液。

6.3.3 将溶液加热至 60~80℃,在不断搅拌下滴加 10 mL 高锰酸钾溶液,继续搅拌 1.5 min,煮沸 3~5 min,静置 3 min。

6.3.4 用中速定量滤纸过滤,以热硝酸(4.5)洗涤烧杯及沉淀 2~3 次,保留沉淀和滤纸,将滤液移入原烧杯中。加热至 60~80℃,在不断搅拌下滴加 10 mL 高锰酸钾溶液,继续搅拌 1.5 min,煮沸 3~5 min,静置 3 min。用保留的滤纸过滤,以热硝酸(4.5)洗涤烧杯及沉淀 3~4 次。

6.3.5 用含 3 mL 过氧化氢的 10 mL 热硝酸分次将沉淀全部溶解于原烧杯中,洗涤 3~4 次。

6.3.6 将溶液煮沸除尽过氧化氢蒸发至 10 mL 左右,以水洗涤表皿及杯壁,冷却。移入 25 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.7 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.1 nm 处,以水调零,与标准溶液系列同时,测量溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铋浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 铋标准溶液于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 40 mL 盐酸,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.1 nm 处,以水调零,测量溶液的吸光度,减去标准溶液系列中“零”浓度溶液的吸光度,以铋的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铋的百分含量:

$$\text{Bi}(\%) = \frac{(c_1 - c_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： c_1 ——自工作曲线上查得的试液中铋的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

c_0 ——自工作曲线上查得的试料空白溶液中铋的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——试液的体积， mL ；

m_0 ——试料的质量， g 。

所得结果表示至 4 位小数。若铋含量小于 0.001 0% 时，表示至 5 位小数。

8 允许差

实验室内分析结果的差值不得大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铋 含 量	允 许 差
0.000 50~0.001 0	0.000 20
>0.001 0~0.004 0	0.000 4

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 WFX-1B 型原子吸收光谱仪测定铋量的工作条件如表 A1。

表 A1

波 长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm	观测高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min	背景扣除
223.1	5	0.2	10	10	1.1	使用氘灯