

GB/T 8220.2—1998

前 言

本标准是对 GB 8220.2—87《铋化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量》的修订。为满足 GB/T 915—1995《铋》的要求,修订时将方法的测定下限由 0.000 8% 延伸至 0.000 3%。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 8220.2—87 及 GB/T 915—1995《铋》附录 B。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准起草单位:株洲冶炼厂、上海冶炼厂。

本标准主要起草人:蔡军、郑惠琦。

本标准 1966 年首次发布,1976 年 10 月第 1 次修订,1987 年 9 月第 2 次修订。

中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量

GB/T 8220.2—1998

Methods for chemical analysis bismuth
—Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline photometric method

代替 GB 8220.2 87

1 范围

本标准规定了铋中铁量的测定方法。

本标准适用于铋中铁量的测定。测定范围：0.000 3%~0.001 5%。

2 方法提要

试料用硝酸低温溶解，在近中性溶液中，铁(Ⅱ)与1,10-二氮杂菲生成的络阳离子再与碘离子作用，生成可被三氯甲烷萃取的离子缔合物，于波长510 nm处测量其吸光度。

铋及其他干扰元素可加入乙二胺四乙酸二钠及柠檬酸盐掩蔽。

3 试剂

制备溶液及分析用水均为二次蒸馏水。

3.1 三氯甲烷。

3.2 无水硫酸钠。

3.3 硝酸(1+1)，超纯。

3.4 硝酸(3+500)，超纯。

3.5 氨水(1+1)，超纯。

3.6 乙二胺四乙酸二钠溶液(250 g/L)

3.6.1 称取125 g乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)于600 mL烧杯中，加入300 mL水，滴加氨水($\rho 0.90$ g/mL)至溶解完全并调节至pH7。

3.6.2 加入5 mL高氯酸钠溶液(用1 mol/L氢氧化钠溶液中和1 mol/L高氯酸溶液至呈中性)，用水稀释至500 mL。加入1 g盐酸羟胺和0.1 g 1,10-二氮杂菲，搅拌至全部溶解，于50~60℃水浴中加热10 min，取出，冷却。移入1 000 mL分液漏斗中，用二氯乙烷萃取(每次加入二氯乙烷20~30 mL，振荡1 min)，直至有机层无色后再萃取二次。将有机层分离，水相用脱脂棉过滤，贮于试剂瓶中备用。

3.7 柠檬酸铵溶液(250 g/L)：称取125 g柠檬酸铵于600 mL烧杯中，加入300 mL水溶解完全，用氨水($\rho 0.90$ g/mL)调节至pH7。以下按3.6.2进行。

3.8 缓冲溶液(pH7)：用250 mL乙酸(1 mol/L)和250 mL氨水(1 mol/L)混合，以下按3.6.2进行。

3.9 1,10-二氮杂菲($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶液(10 g/L)：用乙醇(1+1)配制。

3.10 盐酸羟胺溶液(100 g/L)：称取50 g盐酸羟胺于500 mL烧杯中，加入100 mL水，使其溶解。用氨水(3.5)调节pH7左右。加入20 mL 1,10-二氮杂菲溶液(3.9)，煮沸1~2 min，取下，冷却。加入

国家质量技术监督局1998-08-19批准

1999-03-01实施

GB/T 8220.2—1998

10 mL 碘化钾溶液(200 g/L), 移入 500 mL 分液漏斗中, 每次加入 10 mL 三氯甲烷, 振荡 2 min, 直到有机层无色为止。弃去有机层, 水相以水稀释至 500 mL。

3.11 碘化钾溶液(300 g/L): 称取 150 g 碘化钾于 600 mL 烧杯中, 加入 300 mL 水、0.5 g 硫酸铝钾。待全部溶解后, 滴加氨水(ρ 0.90 g/mL)至沉淀完全后再过量 0.5 mL。加热至沉淀凝聚, 趁热用定量滤纸过滤于 1 000 mL 烧杯中。加入 10 mL 盐酸羟胺溶液(3.10), 加水至 500 mL, 贮于棕色试剂瓶中备用。

3.12 铁标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属铁($\geq 99.9\%$)于 200 mL 烧杯中, 加入 20 mL 硝酸(3.3), 加热使其溶解, 除去氮的氧化物, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用硝酸(3.4)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铁。

3.13 铁标准溶液: 移取 20.00 mL 铁标准贮存溶液(3.12)于 500 mL 容量瓶中, 用硝酸(3.4)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 4 μ g 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g 试样。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中, 加入 5 mL 硝酸(3.3), 加热溶解, 蒸发至 2~3 mL, 取下。

5.3.2 加入 10 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.6)和 5 mL 柠檬酸铵溶液(3.7), 用氨水(3.5)调节 pH7 左右, 加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(3.10)、5 mL 1,10-二氮杂菲溶液(3.9), 于 50~60℃ 水浴中加热 10 min, 取出, 冷却。

5.3.3 移入 125 mL 分液漏斗中, 加入 10 mL 缓冲溶液(3.8)、10 mL 碘化钾溶液(3.11)、5 mL 三氯甲烷(3.1), 振荡 1 min。静置分层后, 将有机相放入 10 mL 干燥比色管中, 于水相中再加入 5 mL 三氯甲烷(3.1), 振荡 1 min。静置分层后, 有机相合并于 10 mL 干燥比色管中, 用三氯甲烷(3.1)稀释至刻度, 混匀。加入少量无水硫酸钠(3.2), 轻轻摇动除去水分。

5.3.4 将部分有机相(5.3.3)置于 2 cm 吸收皿中, 以随同试料的空白为参比, 于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的铁量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 铁标准溶液(3.13), 分别置于 一 组 100 mL 烧杯中, 以下按 5.3.2~5.3.3 进行。

5.4.2 将部分有机相置于 2 cm 吸收皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铁量, μ g;

m_0 ——试料的质量, g。

GB/T 8220.2—1998

分析结果应保留 2 位有效数字。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

铁 量	允许差
0.000 3~0.000 8	0.000 1
>0.000 8~0.001 5	0.000 2

%