

GB/T 8220.3—1998

前 言

本标准是对 GB 8220.3—87《铋化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定铋量》的修订。为满足 GB/T 915—1995《铋》的要求,修订时将测定下限由 0.000 3% 延伸至 0.0002%。

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 8220.3—87。

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:王锡仁、曹谦谦。

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
孔雀绿分光光度法测定铋量

GB/T 8220.3—1998

Methods for chemical analysis of bismuth
—Determination of antimony content—
Melachite green photometric method

代替 GB 8220.3—87

1 范围

本标准规定了铋中铋量的测定方法。

本标准适用于铋中铋量的测定。测定范围：0.000 2%~0.002 5%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解。在盐酸介质中，五价铋的络阴离子 $[\text{SbCl}_6]^-$ 与孔雀绿生成难溶性化合物，用甲苯萃取后于分光光度计波长 640 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 甲苯。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 盐酸(2+1)。

3.5 氯化亚锡溶液(100 g/L)：称取 10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸(3.4)，搅拌使之溶解，并用盐酸(3.4)稀释至 100 mL，混匀。

3.6 亚硝酸钠溶液(100 g/L)。

3.7 尿素饱和溶液。

3.8 孔雀绿溶液(2 g/L)。

3.9 铋标准贮存溶液：称取 0.1 000 g 金属铋($\geq 99.9\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硫酸(3.3)加热溶解，取下，冷却。加 5 mL 盐酸(3.4)微热溶解盐类，冷却至室温，以盐酸(3.4)移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铋。

3.10 铋标准溶液：移取 10.00 mL 铋标准贮存溶液(3.9)于 500 mL 容量瓶中，以盐酸(3.4)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 铋。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

国家质量技术监督局 1998-08-19 批准

1999-03-01 实施

GB/T 8220.3-1998

按表1称取试样。

表1

锑量, %	试料, g	吸收皿厚度, cm
0.000 2~0.000 4	1.000	2
>0.000 4~0.001 5	1.000	1
>0.001 5~0.002 5	0.500 0	1

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(3.2),微热使试料溶解并蒸发至约0.5 mL,取下,加入2 mL硫酸(3.3),不断摇动至白色沉淀析出,于低温处蒸发至冒三氧化硫白烟,再置于高温处冒尽白烟。取下,冷却。加入5 mL盐酸(3.4),微热使盐类溶解。

5.3.2 将试液移入125 mL分液漏斗中,用5 mL盐酸(3.4)分两次洗涤烧杯,合并于分液漏斗中。

5.3.3 向分液漏斗中加入1 mL氯化亚锡溶液(3.5),混匀。放置2 min,加入2 mL亚硝酸钠溶液(3.6),混匀,放置5 min。加入4 mL尿素饱和溶液(3.7),摇动分液漏斗至大量气泡逸出。加入20.0 mL甲苯(3.1)、40 mL水,立即加入1 mL孔雀绿溶液(3.8),剧烈振荡1 min,静置5 min,弃去水相。将有机相移入干燥的25 mL比色管中,加入2滴无水乙醇,混匀。

5.3.4 将部分有机相移入表1所示吸收皿中,以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长640 nm处测量其吸光度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 Sb ≤ 0.000 4%的工作曲线

5.4.1.1 移取0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL锑标准溶液(3.10),分别置于一组125 mL分液漏斗中,用盐酸(3.4)稀释至10 mL,以下按5.3.3进行。

5.4.1.2 将部分有机相移入2 cm吸收皿中,以试剂空白作参比,于分光光度计波长640 nm处测量其吸光度,以锑量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.2 Sb > 0.000 4%的工作曲线

5.4.2.1 移取0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 mL锑标准溶液(3.10),分别置于一组125 mL分液漏斗中,用盐酸(3.4)稀释至10 mL,以下按5.3.3进行。

5.4.2.2 将部分有机相移入1 cm吸收皿中,以试剂空白作参比,于分光光度计波长640 nm处测量其吸光度,以锑量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算锑的百分含量:

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

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锑量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

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表2所列允许差。

GB/T 8220.3—1998

表 2

%

梯 量	允 许 差
0.000 2~0.000 4	0.000 1
>0.000 4~0.000 8	0.000 2
>0.000 8~0.001 5	0.000 3
>0.001 5~0.002 5	0.000 4