

前 言

本标准是对 GB/T 4103.7—1983《铅基合金化学分析方法 碘化钾光度法测定铋量》、GB/T 4103.8—1983《铅基合金化学分析方法 硫脲光度法测定铋量》、GB/T 472.3—1984《铅铋化学分析方法 碘化钾-马钱子碱分光光度法测定铋量》的修订。

本标准遵守：

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

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写的规定

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

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准自生效之日起，代替 GB/T 4103.7—1983、GB/T 4103.8—1983、GB/T 472.3—1984。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由沈阳冶炼厂、白银有色金属公司西北铜加工厂负责起草。

本标准由白银有色金属公司西北铜加工厂起草。

本标准主要起草人：吉春芳。

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法 铋量的测定

GB/T 4103.5 - 2000

代替 GB/T 4103.7-1983
GB/T 4103.8-1983
GB/T 472.3-1984

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys
—Determination of bismuth content

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中铋含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中铋含量的测定。测定范围：0.002 0%~0.10%。

2 方法提要

试料用硝酸或硝酸-酒石酸溶解，根据铋的含量用二氧化锰共沉淀富集铋并分离铅，或在试料溶解后加盐酸使铅生成氯化铅沉淀而除去大部分铅。硒、碲干扰测定，在盐酸介质中用氯化亚锡将其还原成单体过滤除去。用六偏磷酸钠、硫脲、氟化钾分别掩蔽残存铅、铜及银，以及锡和锑。在盐酸介质中，以碘化钾为显色剂，于分光光度计波长 450 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 酒石酸。

3.2 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+5)。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 硝酸(1+4)。

3.8 硝酸锰溶液：1 体积硝酸锰溶液(500 g/L)与 4 体积水混匀。

3.9 高锰酸钾溶液(10 g/L)。

3.10 氯化亚锡溶液(100 g/L)：称取 10.0 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，用 50 mL 盐酸(3.4)微热溶解，冷却，用盐酸(3.4)稀释至 100 mL。用时现配。

3.11 六偏磷酸钠溶液(200 g/L)。

3.12 碘化钾溶液(250 g/L)。

3.13 硫脲溶液(100 g/L)。

3.14 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液(200 g/L)。

3.15 碲溶液(5 mg/mL)：称取 0.500 g 纯碲，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(1+1)，加热溶解，煮沸除去氮的氧化物，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.16 铋标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铋，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(1+1)，盖紧表面皿，加热溶解，煮沸除去氮的氧化物，冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 90 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，用水

国家质量技术监督局 2000-08-28 批准

2000-12-01 实施

稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铋。

3.17 铋标准溶液:移取 50.00 mL 铋标准贮存溶液(3.16)于 250 mL 容量瓶中,加入 30 mL 硝酸(1.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 铋。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 试料的溶解与富集

5.3.1.1 含铋 0.002 0%~0.030% 的试料

5.3.1.1.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸,盖上表皿,低温加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,用水洗涤表皿及杯壁,加入 5 mL 硝酸锰溶液。

5.3.1.1.2 加水至体积约为 100 mL,加热至 60~80℃,在不断搅拌下滴加 5 mL 高锰酸钾溶液,继续搅拌 1 min,加热微沸 3~5 min,用水洗涤表皿及杯壁,静置 1 min。

用快速定量滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及沉淀 6~8 次。弃去滤液。

5.3.1.1.3 根据铋的含量分别按如下操作:

含铋 0.002 0%~0.010% 的试料:将沉淀用含有 6~8 滴过氧化氢的 30 mL 温硝酸,分次溶解于原烧杯中,用热水洗涤滤纸 3~4 次,将溶液煮沸,使过氧化氢分解,按 5.3.1.1.2 条再沉淀一次后,以下接 5.3.1.1.4 条进行。

含铋 >0.010%~0.030% 的试料:将沉淀(5.3.1.1.2)直接接 5.3.1.1.4 条进行。

5.3.1.1.4 用含有 6~8 滴过氧化氢的 20 mL 温盐酸(3.5)分次将沉淀溶解于原烧杯中,以热水洗涤滤纸 3~4 次,将溶液煮沸使过氧化氢分解,低温蒸发至体积为 5~8 mL,以少量水洗涤表皿及杯壁,冷却。

5.3.1.1.5 将溶液(5.3.1.1.4)用中速定量滤纸过滤于 50 mL 容量瓶中,用水洗涤烧杯及滤纸 3~4 次,使溶液体积不超过 25 mL。

含铋 0.002 0%~0.010% 的试液,直接接 5.3.2 条进行。

含铋 >0.010%~0.030% 的试液,向容量瓶中补加 7 mL 盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。移取 15.00 mL 于另一个 50 mL 容量瓶中。以下接 5.3.2 条进行。

5.3.1.2 含铋 >0.030%~0.10% 的试料

5.3.1.2.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加 9 g 酒石酸,30 mL 硝酸,盖上表皿,低温加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却。

5.3.1.2.2 将溶液移入 100 mL 容量瓶中,加 15 mL 盐酸(3.3),流水冷却 5 min,以水稀释至刻度,混匀,静置 2 min。用中速定量滤纸干过滤,弃去最初滤液。

5.3.1.2.3 根据试料成分分别按如下操作:

不含硒、碲试料:移取 10.00 mL 滤液于 50 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(3.5)。以下直接接 5.3.2 条进行。

含硒、碲试料:移取 50.00 mL 滤液于 250 mL 烧杯中,若试料中只含硒则需补加 2.0 mL 碲溶液,加

热蒸发至体积约为 2 mL,加入 5 mL 盐酸(3.3),再蒸发至体积约为 2 mL,再重复此操作 2~3 次(共 4~5 次)。加入 20 mL 盐酸(3.4),煮沸,加入 5 mL 氯化亚锡溶液,继续煮沸至沉淀凝聚,冷却。用中速定量滤纸过滤,用盐酸(3.6)洗涤沉淀及烧杯 4~5 次,弃去沉淀。滤、洗液收集于 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.6)稀释至刻度,混匀。移取 10.00 mL 溶液于 50 mL 容量瓶中。以下接 5.3.2 条进行。

5.3.2 显色

于 50 mL 容量瓶中加入 10 mL 六偏磷酸钠溶液,5 mL 碘化钾溶液,2.5 mL 硫脲溶液,2.5 mL 氟化钾溶液,每加一种试剂后均需混匀。用水稀释至刻度,混匀。放置 3 min。

5.3.3 测量

将部分溶液移入 5 cm 吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 450 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铋量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 铋标准溶液,置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 3 mL 盐酸(3.3),10 mL 水,混匀。以下按 5.3.2 条进行。

5.4.2 将部分溶液移入 5 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 450 nm 处测量其吸光度。以铋量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算铋的百分含量:

$$Bi(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1 \cdot V_3} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铋量, μg ;

V_0 ——第 1 次稀释溶液的体积, mL;

V_2 ——第 2 次稀释溶液的体积, mL;

V_1 ——第 1 次分取溶液的体积, mL;

V_3 ——第 2 次分取溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。若铋含量小于 0.10% 时,表示至三位小数;小于 0.010% 时表示至四位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

铋含量	允许差
0.002 0~0.004 0	0.000 6
>0.004 0~0.008 0	0.000 8
>0.008 0~0.015	0.001 5
>0.015~0.050	0.004
>0.050~0.10	0.008