中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 碘化钾－马钱子碱光度法测定铋量

UDC 669.27:543
.42:546.87

GB 4324.2—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The potassium iodide-brucine photometric
method for the determination of bismuth content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铋量的测定。测定范围：0.00008～0.0040%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用氢氧化钠溶解，以柠檬酸络合钨，在硫酸介质中，铋（Ⅲ）与碘化钾－马钱子碱形成三元络合物，用三氯甲烷萃取，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 三氯甲烷。

2.2 硫酸（1 + 3）。

2.3 氢氧化钠溶液（40%），优级纯。

2.4 柠檬酸（$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$）溶液（50%）。

2.5 硫脲溶液（10%）。

2.6 碘化钾溶液（10%），贮于棕色瓶中。

2.7 马钱子碱（$C_{23}H_{26}O_4N_2 \cdot H_2O$）溶液（1%）：称取1 g马钱子碱用柠檬酸溶液（20%）溶解并稀释至100ml，混匀。贮于棕色瓶中。

2.8 酚酞乙醇溶液（1%）。

2.9 铋标准溶液

2.9.1 称取0.1000g金属铋（99.99%以上），置于200ml烧杯中，加10ml硝酸（比重1.42），加热溶解，移入1000ml容量瓶中，冷却至室温。用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg铋。

2.9.2 移取10.00ml铋标准溶液（2.9.1），置于200ml容量瓶中，用硝酸（1 + 9）稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5 μg铋。

2.9.3 移取10.00ml铋标准溶液（2.9.1），置于500ml容量瓶中，用硝酸（1 + 9）稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含2 μg铋。

3 试样

3.1 钨条应粉碎并通过120目筛网。

3.2 钨粉、钨条称样后置于瓷蒸发皿中，在300～500℃的高温炉中煅烧，慢慢升温到750℃，并经常用玻璃棒搅拌，使试样完全氧化，取出，置于干燥器中冷至室温。

4 分析步骤

4.1 测定数量

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

4.2 试样量

4.2.1 三氧化钨，钨酸，仲钨酸铵称取0.5000～3.000g。

4.2.2 钨粉、钨条称取0.5000～2.500g。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样（4.2）置于150ml烧杯中，加入少量水润湿，按表1加入氢氧化钠溶液（2.3），加热，待试样溶解完全后，取下。用水吹洗表皿及杯壁，在不断摇动下，按表1趁热加入柠檬酸溶液（2.4），混匀，放冷至室温。

4.4.2 加1～2滴酚酞乙醇溶液（2.8），用硫酸（2.2）和氢氧化钠溶液（2.3）调节试液至红色。

表1

试样量，g	0.5～1	1～2	2.5～3
氢氧化钠溶液（2.3），ml	5	6	7
柠檬酸溶液（2.4），ml	6	7	9

4.4.3 在不断摇动下加6 ml硫酸（2.2），用水稀释至约40ml，于低温电炉上加热，保持微沸5 min以上（注意不要飞溅，保持体积不小于30ml），冷却至室温。

4.4.4 加入5 ml硫脲溶液（2.5），混匀，加5 ml碘化钾溶液（2.6），移入125ml分液漏斗中，控制溶液体积为50ml，混匀，在不断摇动下，加入5 ml马钱子碱溶液（2.7）（注意试液不能发浑，否则结果不正常）。

4.4.5 加入10.00ml三氯甲烷（2.1），振荡2 min，擦干分液漏斗颈并塞进脱脂棉，静置分层。

4.4.6 将有机相过滤于3 cm比色皿中，以三氯甲烷（2.1）为参比，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。

4.4.7 减去随同试样所做空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的铋量。

4.5 工作曲线的绘制

4.5.1 移取0.00，0.50，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00ml铋标准溶液（2.9.2或2.9.3）。

4.5.2 分别置于一组125ml分液漏斗中，用水稀释至约15ml，加入1～2滴酚酞乙醇溶液（2.8），用氢氧化钠溶液（2.3）调节试液至红色。

4.5.3 在不断摇动下，加入6 ml硫酸（2.2）、5 ml硫脲溶液（2.5），混匀，加入5 ml碘化钾溶液（2.6），控制溶液体积为50ml，混匀，在不断摇动下加入5 ml马钱子碱溶液（2.7）。以下按4.4.5～4.4.6款进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以铋量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铋的百分含量：

$$Bi\ (\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中：m_1——从工作曲线上查得的铋量，g；

m——试样量，g。

6 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。

表 2

%

铋　　量	允　许　差
0.00008～0.00020	0.0000
>0.00020～0.00080	0.00015
>0.00080～0.00150	0.00025
>0.0015～0.0040	0.0004

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由自贡硬质合金厂起草。

本标准主要起草人李长岫。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 895—77《钨化学分析方法》作废。