



中华人民共和国国家标准

GB 8152.1~8152.8—87

铅 精 矿 化 学 分 析 方 法

Methods for chemical analysis of lead concentrates

1987-08-10发布

1988-06-01实施

国 家 标 准 局 发 布

铅精矿化学分析方法 极谱法测定铋量

UDC 622.344.1
:543.06

GB 8152.6—87

Methods for chemical analysis of lead concentrates
The polarographic method for the
determination of bismuth content

本标准适用于铅精矿中铋量的测定,测定范围:0.5%~2.0%。

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

试样用酸溶解。在pH5~5.5以铁作载体共沉淀铋,分离铜及部分铅。沉淀溶解后,加入氢溴酸,在硫酸冒烟时驱赶铋。在酸性氯化钠底液中,用示波极谱法测定铋。峰电位-0.12V(S.C.E)。按比较法计算铋量。

2 试剂

- 2.1 盐酸(ρ 1.19g/ml)。
- 2.2 硝酸(ρ 1.42g/ml)。
- 2.3 硝酸(2+98)。
- 2.4 硫酸(ρ 1.84g/ml)。
- 2.5 硫酸(1+1)。
- 2.6 硫酸(1+9)。
- 2.7 硫酸(2+98)。
- 2.8 氨水(ρ 0.90g/ml)。
- 2.9 氢溴酸(ρ 1.49g/ml)。
- 2.10 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液(5%):用盐酸(1+9)配制。
- 2.11 混合底液:称取500g氯化钠、25g盐酸胍溶于水,加入25ml盐酸(1+1),用水稀释至2500ml,混匀。
- 2.12 铋标准溶液:称取0.5000g金属铋(99.99%)置于250ml烧杯中,加入30ml硝酸(1+1),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸驱赶氮的氧化物,取下冷至室温。用硝酸(1+9)移入1000ml容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.5mg铋。

3 仪器

示波极谱仪。

4 试样

- 4.1 试样粒度小于0.100mm。
- 4.2 试样在100~105℃烘1h,置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

铋量, %	试样量, g
0.50~1.00	0.2000
1.00~2.00	0.1000

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样 (5.1) 置于 250ml 烧杯中, 用少量水润湿, 加入 15ml 盐酸 (2.1), 微热溶解 5 min, 加 5 ml 硝酸 (2.2), 加热至试样完全溶解并蒸至近干。

5.3.2 加入 10ml 硝酸 (2.2), 加热煮沸, 加 50ml 水, 煮沸使盐类溶解。用中速定量滤纸过滤, 用硝酸 (2.3) 洗烧杯及残渣四次, 视试样含铁量加入 1~3 ml 三氯化铁溶液 (2.10), 使溶液中保持含铁量约 30 mg, 将滤液加热至 70~80℃。

5.3.3 用氨水 (2.8) 中和试液至 pH 5~5.5, 保温使沉淀凝聚。

5.3.4 用中速定量滤纸过滤, 用热水洗涤烧杯及沉淀四次。

5.3.5 用热硫酸 (2.6) 及 (2.7) 交替溶解与洗涤沉淀 5~8 次 (每次约 2 ml), 弃去不溶物。滤液收集于原烧杯中, 加热蒸至冒烟。取下冷却, 加入 5 ml 氢溴酸 (2.9), 蒸至冒烟 [当试样中含铋量大于 2 mg 时, 可加 3~5 ml 氢溴酸 (2.9), 再蒸至冒烟一次], 直至溶液体积约 1 ml 取下。

5.3.6 冷却后, 用少量水吹洗杯壁, 再蒸至冒烟。取下冷却, 加入 100.00ml 混合底液 (2.11), 盖上表皿, 煮沸 3~5 min, 保温, 使三价铁充分还原。冷至室温, 移入 100ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。取部分溶液于电解杯中, 在示波极谱仪上, 于 -0.05V~-0.5V 间扫描, 测量其峰高。铋的峰电位为 -0.12V。

5.4 工作标准溶液的配制与测定

移取三份等体积铋标准溶液 (2.12), 分别置于 250ml 烧杯中 (其含铋量应与试液中含铋量相近)。加入 3 ml 三氯化铁溶液 (2.10)、50ml 水, 加热至 70~80℃, 以下按 5.3.3~5.3.6 款进行。三份工作标准溶液峰高的相对误差应不大于 2%, 取平均值作为工作标准溶液的峰高。

6 分析结果的计算

按下式计算铋的百分含量:

$$\text{Bi}(\%) = \frac{M}{\alpha_1 h_1} \cdot \frac{\alpha_2 \cdot h_2}{m} \times 100$$

式中: M ——标准铋量, g;

α_2 ——试样溶液的测量倍率;

h_2 ——试样溶液的峰高;

α_1 ——工作标准溶液的测量倍率;

h_1 ——工作标准溶液的平均峰高;

m ——试样量, g。

分析结果表示到小数点后第二位。

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。

表 2

%

铋 量	允 许 差
0.50 ~ 1.00	0.08
> 1.00 ~ 2.00	0.12

附加说明:

本标准由北京矿冶研究总院技术归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人严纪良、彭雪梅。