

UDC 622.344.1:543.06
D 41



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

中华人民共和国国家标准

铅精矿化学分析方法
二硫代二安替比林甲烷
分光光度法测定铋量

UDC 622.344.1
:543.06

GB 8152.8—87

Methods for chemical analysis of lead concentrates
The DTPM spectrophotometric 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：0.03%~0.50%。

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

试样用硝酸分解，在pH 0.5~1的酸性溶液中，用烷基磷酸（P 204）萃取铋，以分离铅、锌、铜等元素。用稀硝酸反萃取铋。在pH 1~3的硝酸介质中，铋与二硫代二安替比林甲烷生成橙红色络合物，于分光光度计波长530nm处测量其吸光度。按标准曲线法计算铋量。

2 试剂

- 2.1 硝酸（ ρ 1.42g/ml）。
- 2.2 硝酸（0.2mol/L）。
- 2.3 硝酸（1+2）。
- 2.4 硝酸（1+1）。
- 2.5 高氯酸（ ρ 1.67g/ml）。
- 2.6 氨水（1+1）。
- 2.7 酒石酸溶液（10%）。
- 2.8 二-2-乙基己基磷酸（P 204）正庚烷溶液：移取10ml P 204，用正庚烷稀释至100ml。
- 2.9 抗坏血酸溶液（5%）。
- 2.10 二硫代二安替比林甲烷（DTPM）溶液（0.2%）：称取0.2g DTPM于250ml烧杯中，加20ml无水乙醇、20ml冰乙酸、60ml水，微热溶解，过滤于塑料瓶中。（用时现配）。
- 2.11 铋标准贮存溶液：称取0.5000g金属铋（99.99%）置于300ml烧杯中，加入20ml硝酸（2.4），盖上表面皿，于电热板上加热至完全溶解，煮沸驱赶氮的氧化物，取下冷至室温。移入500ml容量瓶中，用硝酸（1+9）洗烧杯并稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1mg铋。
- 2.12 铋标准溶液：移取20.00ml铋标准贮存溶液（2.11）于1000ml容量瓶中，用硝酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含20 μ g铋。

3 仪器

分光光度计。

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	分取试液体积, ml
0.03~0.10	0.2000	20.00
0.10~0.50	0.1000	10.00

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100ml烧杯中，用少量水润湿，加10ml硝酸(2.1)，盖上表皿，低温溶解，蒸发至3~5ml取下。

5.3.2 加入5ml酒石酸溶液(2.7)，冷至室温，移入50ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。干过滤于100ml烧杯中。按表1分取试液于125ml分液漏斗中。

5.3.3 加硝酸(2.2)至体积约20ml，用氨水(2.6)与硝酸(2.3)调节溶液至pH0.5~1（用精密pH试纸检查）。加入20ml P 204正庚烷溶液(2.8)，振荡1min，静置分层。

5.3.4 弃去水相，有机相用10ml硝酸(2.2)轻微振荡洗涤三次，弃去水相。

5.3.5 分别用10ml、5ml硝酸(2.4)反萃取两次，每次振荡1min，反萃液合并于50ml烧杯中。

5.3.6 加入1ml高氯酸(2.5)，于电热板上加热蒸发至冒浓烟，取下稍冷，用少量水吹洗杯壁，继续蒸发至干，取下冷却。

5.3.7 加入5ml硝酸(2.4)，加热使盐类完全溶解，蒸发至约1ml，冷至室温，移入25ml容量瓶中。加入2ml酒石酸溶液(2.7)，用水稀释至15ml，用氨水(2.6)与硝酸(2.3)调节溶液至pH2，加入2ml抗坏血酸溶液(2.9)，混匀。加入2.5ml DTPM溶液(2.10)，以水稀释至刻度，混匀。将部分试液移入3cm比色皿中。

5.3.8 以随同试样的空白为参比，于分光光度计波长530nm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、5.00ml铋标准溶液(2.12)分别置于一组125ml分液漏斗中，加入2ml酒石酸溶液(2.7)，以下按5.3.3~5.3.7款进行。以试剂空白为参比，于分光光度计波长530nm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 分析结果的计算

按下式计算铋的百分含量：

$$\text{Bi}(\%) = \frac{V \cdot m_1 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铋量, μg ;

V_1 ——分取试液的体积, ml ;

V ——试液总体积, ml ;

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
0.03~0.10	0.02
>0.10~0.30	0.04
0.30~0.50	0.06

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。

本标准主要起草人方开珑、慈清、贺杏金。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铅 精 矿 化 学 分 析 方 法
GB 8152.1~8152.8—87

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)
中国标准出版社北京印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 52 000
1988年3月第一版 1988年3月第一次印刷
印数 1—2 500

*

书号: 15169·1-5475 定价 0.95 元

*

标 目 86—41