

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
二硫代二安替吡啉甲烷
光度法测定铋量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.48—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The dithio dantipyryl methame photometric method for the determination
of bismuth content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铋量的测定。测定范围：0.0020~0.200%。
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

试样用盐酸、硝酸处理；残渣用焦硫酸钾熔融，在0.5mol/l硝酸介质中，采用二氧化锰作载体使铋沉淀，过滤后的沉淀溶于含有过氧化氢的盐酸溶液中，加热浓缩。在pH 2~3盐酸介质中，铋与二硫代二安替吡啉甲烷生成红色络合物。于分光光度计波长525nm处，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 焦硫酸钾。

2.2 盐酸 (ρ 1.19g/ml)。

2.3 盐酸 (1 + 2)；内含过氧化氢 (2%)。

2.4 盐酸 (1 + 9)。

2.5 硝酸 (ρ 1.42g/ml)。

2.6 硝酸 (1 + 1)。

2.7 硝酸 (3 + 97)。

2.8 氢氟酸 (ρ 1.15g/ml)。

2.9 过氧化氢 (30%)。

2.10 硫酸 (1 + 1)。

2.11 氢氧化铵 (1 + 1)。

2.12 硫酸锰溶液 (2%)。

2.13 高锰酸钾溶液 (0.6%)。

2.14 酒石酸溶液 (25%)。

2.15 抗坏血酸溶液 (10%)；用时现配。

2.16 2,4-二硝基苯酚乙醇溶液 (0.1%)。

2.17 二硫代二安替吡啉甲烷(DTPM)溶液 (0.4%)：称取0.4g DTPM于150 ml烧杯中，加20ml无水乙醇，用玻璃棒搅拌使其溶解，加20ml冰乙酸 (ρ 1.05g/ml)，充分搅拌后，立即移入100ml容量瓶中，混匀。取上层清液使用（或干过滤），用时现配。

2.18 铋标准溶液

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施

2.18.1 称取0.5000g金属铋(99.999%)于150ml烧杯中,加50ml硝酸(2.6),低温加热溶解,取下冷却,移入500ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含1.00mg铋。

2.18.2 移取10.00ml铋标准溶液(2.18.1),置于1000ml容量瓶中,加100ml盐酸(2.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含10.0μg铋。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100μm,如试样中结合水或易氧化物质含量高时,其粒度应小于160μm。

3.2 预干燥不影响试样组成者,应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样,在同一试验室,应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

铋量, %	试样量, g	分取试液, ml
0.002 ~ 0.0060	1.0000	移入25ml容量瓶分取15ml
> 0.0060 ~ 0.010	1.0000	移入50ml容量瓶分取15ml
> 0.010 ~ 0.060	0.5000	移入50ml容量瓶分取10ml
> 0.060 ~ 0.200	0.2000	移入50ml容量瓶分取10ml

4.3 空白试验

随同试样做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型(指分析步骤相一致)的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

将试样(4.2)置于150ml烧杯中,加10~15ml盐酸(2.2),加热煮沸5~10min,加5ml硝酸(2.5),盖上表皿,继续加热使样品分解,并蒸发至溶液体积约为5ml,取下,加约20ml水,煮沸溶解盐类,用中速定量滤纸过滤,并用250ml烧杯承接滤液。用热硝酸(2.7)洗滤纸和残渣4~5次,再用热水洗至滤纸无黄色。将滤液和洗液低温浓缩并蒸至湿盐状后,加5ml硝酸(2.5),反复蒸发处理两次(赶盐酸),然后用5ml硝酸(2.5)及少量水加热溶解至清亮,作为主液保存。

4.5.2 残渣处理

将滤纸和残渣移入铂坩埚中,干燥,灰化,在750~800℃灼烧20min。坩埚冷却后,加3~5滴硫酸(2.10)润湿残渣,加3~5ml氢氟酸(2.8),低温加热至冒尽白烟。加约3g焦硫酸钾(2.1),在喷灯上熔融至红色透明(或在650℃的高温炉中熔融5min),冷却后,将坩埚放入主液中,加热浸取,并用热水洗净坩埚。

4.5.3 分离

溶液中加入5ml硫酸锰溶液(2.12),用水稀至约50ml。在不断搅拌下,用氢氧化铵(2.11)中和至出现稳定的红棕色(pH约2~3),加7ml硝酸(2.6),用水稀至约100ml,低温加热煮沸,边搅拌边滴加10ml高锰酸钾溶液(2.13),加热煮沸2~3min,趁热用中速定量滤纸过滤,并用热硝酸(2.7)洗烧杯及沉淀4~5次,滤液弃去。再用热盐酸(2.3)将沉淀溶解于原烧杯中〔也可直接滴加过氧化氢(2.9)于滤纸上〕,最后用热水洗净滤纸至无黄色。将滤液加热浓缩至20ml或5ml左右(当大部分过氧化氢被赶走后,用水冲洗烧杯壁一次再继续浓缩),冷却。按表1移入50ml或25ml容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。如遇溶液浑浊,须干过滤,用50ml干烧杯承接滤液。按表1移取试液,置于25ml容量瓶中。

4.5.4 测量

4.5.4.1 加1ml酒石酸溶液(2.14)、1ml抗坏血酸(2.15,如黄色不退,补加1~2ml),加2滴2,4-二硝基苯酚(2.16),滴加氢氧化铵(2.11)至溶液呈现黄色,再滴加盐酸(2.4)至黄色消失并过量1~2滴,然后加1.5mlDTPM溶液(2.17),摇动,溶液立即呈现红色,最后用水稀至刻度,混匀。

4.5.4.2 将部分溶液移入3cm比色皿中,以随同试样空白为参比,于分光光度计波长525nm处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铋量。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00ml铋标准溶液(2.18.2),分别置于一组25ml容量瓶中,以下按4.5.4.1进行。以试剂空白为参比,于分光光度计波长525nm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。

5 分析结果的计算

5.1 按下式计算铋的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铋量, μg ;

m ——试样量, g;

V ——试液总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数(如使用预干燥试样,则 $K = 1$), A 是按 GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收:

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表2所列的允许差时,则试样分析值有效,否则无效,应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差,不大于表2所列允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时,则应按附录A的规定,进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算:

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位或第六位,并按数字修约规则的规定修约至小数第三位或第四位。

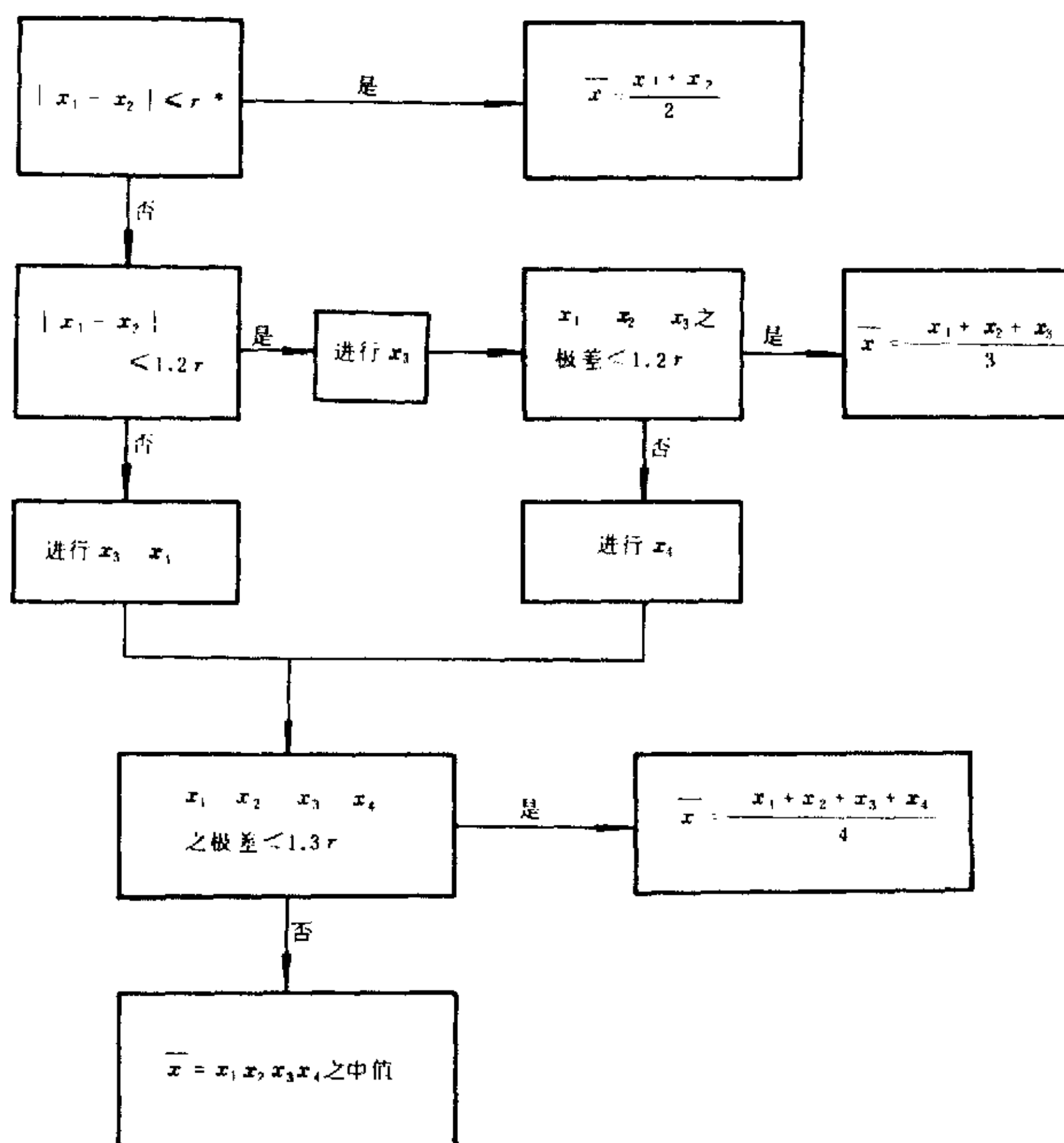
6 允许差

表 2

%

铋 量	标样允许差	试样允许差
0.0020~0.0050	± 0.0007	0.0010
$>0.0050 \sim 0.0100$	± 0.0015	0.0020
$>0.0100 \sim 0.050$	± 0.003	0.004
$>0.050 \sim 0.100$	± 0.004	0.006
$>0.100 \sim 0.200$	± 0.006	0.008

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由中国有色金属工业总公司矿产地质研究院起草。

本标准主要起草人吴双凤、林亚凤。

* r即表2中所列允许差。