

钼化学分析方法
碘化钾-马钱子碱光度法测定铋量

Methods for chemical analysis of molybdenum
The potassium iodide-Brucine photometric method
for the determination of bismuth content

本标准适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵、仲钼酸铵中铋量的测定。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

试样用硝酸溶解并蒸干。用氢氧化钠溶液溶解，以柠檬酸络合主体钼及其杂质元素，在1.1~1.6N硫酸溶液中，加入硫脲消除铜（I）、铁（III）的影响，加入碘化钾，马钱子碱使之与铋形成黄色络合物，用三氯甲烷萃取，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 三氯甲烷。

2.2 硝酸（1+1）优级纯。

2.3 硫酸（1+3）优级纯。

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

2.5 氢氧化钠溶液（40%）优级纯。

2.6 碘化钾溶液（20%）优级纯，贮于棕色瓶中。

2.7 硫脲溶液（10%）。

2.8 马钱子碱溶液（1%）：称取1.000g马钱子碱（ $C_{23}H_{26}O_4N_2 \cdot H_2O$ ）溶于100ml 20%柠檬酸溶液中，贮于棕色瓶中。

2.9 酚酞乙醇溶液（0.1%）。

2.10 铋标准溶液

2.10.1 称取0.1000g金属铋（99.90%以上），用10ml硝酸（比重1.42）溶解后，移入1000ml容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100 μ g铋。

2.10.2 移取25.00ml铋标准溶液（2.10.1），置于500ml容量瓶中，用硝酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5 μ g铋。

3 试样

钼条应粉碎并通过80目筛网。

4 分析步骤

4.1 测定数量

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 钨粉、钨条称取1.000~2.500g试样（视铋含量而定）。

4.2.2 三氧化钨、钨酸铵、仲钨酸铵称取0.2000~4.000g试样（视铋含量而定）。

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250ml烧杯中，用少量水润湿，逐滴加入10ml硝酸（2.2），边加边摇（三氧化钨、钨酸铵、仲钨酸铵摇散即可）。待试样全部溶解后，置于砂浴上缓缓加热溶解并蒸干。

4.4.2 加入12ml氢氧化钠溶液（2.5），于低温电炉上加热使盐类溶解（含镍高的试样此时有混浊物，不含镍的试样溶液应清亮）。取下，用水冲洗表皿和杯壁，趁热加入8ml柠檬酸溶液（2.4），混匀，冷却到室温。

4.4.3 加入1~2滴酚酞乙醇溶液（2.9），用硫酸（2.3）调至溶液无色，再用氢氧化钠溶液（2.5）调至红色并保持1~2min。

4.4.4 加入7ml硫酸（2.3），混匀（含镍高的试样于低温电炉上加热煮沸至溶液清亮）。冷却至室温，加入2ml硫脲溶液（2.7），混匀，加5ml碘化钾溶液（2.6），混匀。

4.4.5 将溶液移入125ml分液漏斗中，用水稀释至体积约为50ml，混匀，放置5min。

4.4.6 加入5ml马钱子碱溶液（2.8），混匀，加入10.00ml三氯甲烷（2.1），充分振荡2min，静置分层。

4.4.7 擦干漏斗颈并塞进脱脂棉，过滤有机相于3cm比色皿中，以三氯甲烷（2.1）为参比，于分光光度计波长470nm测量其吸光度。

4.4.8 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、1.50、2.00、3.00、4.00ml铋标准溶液（2.10.2），分别置于一组125ml分液漏斗中，用水稀释至约15ml。

4.5.2 加入1~2滴酚酞乙醇溶液（2.9），用氢氧化钠溶液（2.5）调至红色并保持1~2min。

4.5.3 加7ml硫酸（2.3），混匀，冷却至室温，加2ml硫脲溶液（2.7），混匀，加5ml碘化钾溶液（2.6），混匀，用水稀释至体积约50ml，混匀，放置5min。

4.5.4 以下按4.4.6~4.4.7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：

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

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下表所列允许差。

GB 4325.2—84

%			
铋 量	允许差	铋 量	允许差
0.00008~0.00020	0.00005	>0.00080~0.00150	0.00025
>0.00020~0.00080	0.00015	>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。

本标准主要起草人江礼林、陈阳旭、李晓初。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 896—77《钨化学分析方法》作废。