

GB/T 8220.8—1998

## 前 言

本标准是对 GB 8220.8—87《铋化学分析方法 蒸馏-硫氰酸汞分光光度法测定氯量》的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起，同时代替 GB 8220.8—87。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准起草单位：株洲冶炼厂、上海冶炼厂。

本标准主要起草人：严纪良、于振祥、刘玉华。

本标准 1966 年首次发布，1976 年 10 月第 1 次修订，1987 年 9 月第 2 次修订。

## 中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法 蒸馏-  
硫氰酸汞分光光度法测定氯量

GB/T 8220.8—1998

Methods for chemical analysis of bismuth

代替 GB 8220.8—87

—Determination of chlorine content—

Distillation-mercuric thiocyanate photometric method

## 1 范围

本标准规定了铋中氯量的测定方法。

本标准适用于铋中氯量的测定。测定范围：0.001%~0.006%。

## 2 方法提要

试料用硝酸溶解，并在硝酸介质中，在温度  $250\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  时进行蒸馏，逸出物吸收于氢氧化钠溶液中。加入硫氰酸汞及高氯酸铁，所形成的氯化物与硫氰酸汞反应，游离出硫氰酸根与铁(Ⅲ)显色。于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。

## 3 试剂

试剂配制及测定过程均用加入少量氢氧化钠蒸馏的二次蒸馏水。

3.1 还原铁粉。

3.2 氢氧化钠，优级纯。

3.3 硝酸( $\rho 1.42\text{ g/mL}$ )，超纯。

3.4 高氯酸( $\rho 1.67\text{ g/mL}$ )。

3.5 氮气，高纯。

3.6 硫氰酸汞-甲醇溶液(5 g/L)：称取 0.5 g 硫氰酸汞于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 甲醇，溶解完全后移入棕色瓶中保存。

3.7 高氯酸铁溶液：称取 7 g 还原铁粉置于 400 mL 烧杯中，加入 200 mL 硝酸(2+1，超纯)，加热溶解。加入 60 mL 高氯酸(3.4)，加热至高氯酸冒烟并继续加热至溶液呈红棕色，冷却。用水稀释至 500 mL，混匀。

3.8 氢氧化钠溶液(0.2 mol/L)，优级纯。

3.9 氯标准贮存溶液：称取经  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧 30 min，并置于干燥器中冷却至室温的 0.2102 g 氯化钾(优级纯)，置于 250 mL 烧杯中，以适量水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氯。

3.10 氯标准溶液：移取 50.00 mL 氯标准贮存溶液(3.9)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  氯。

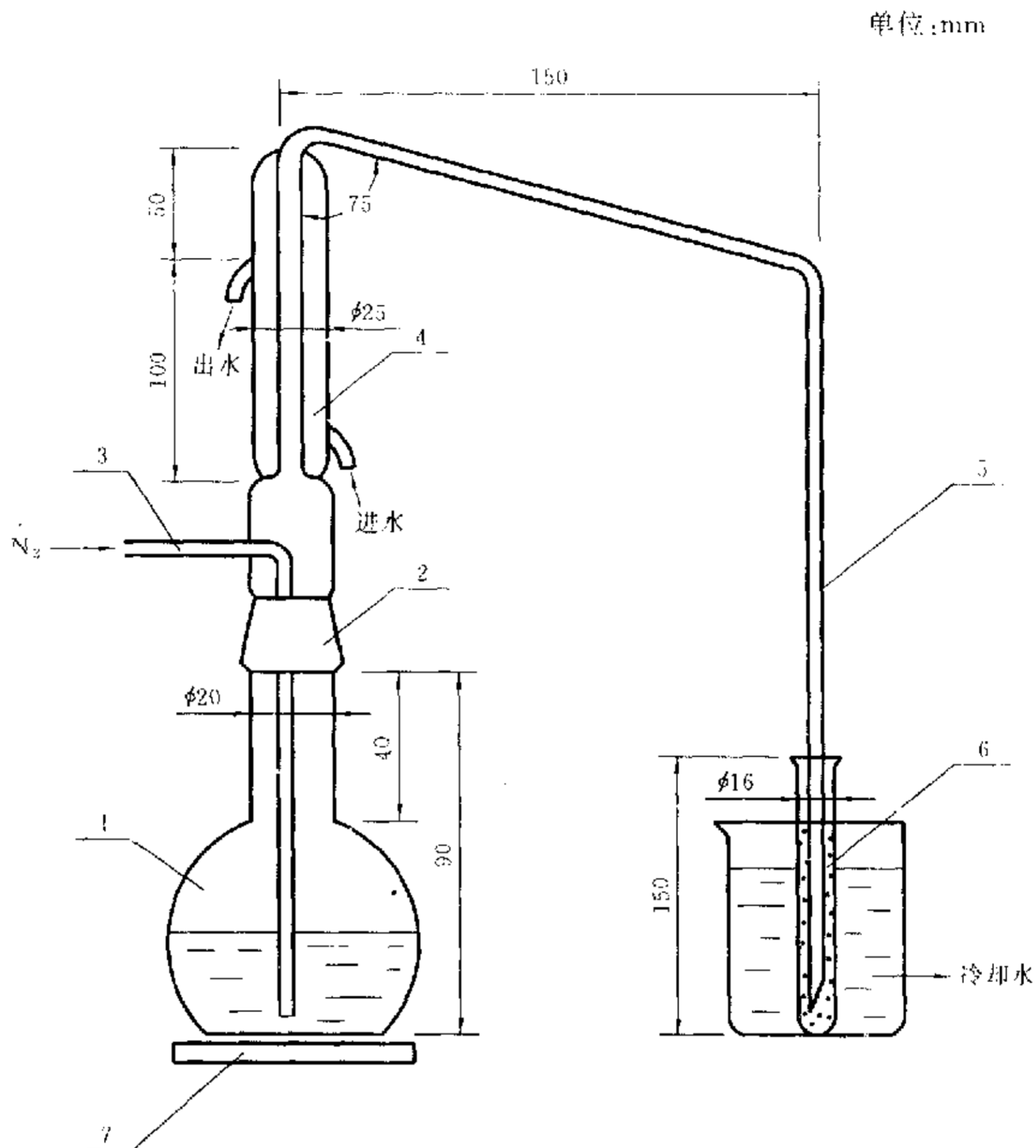
国家质量技术监督局 1998-08-19 批准

1999-03-01 实施

4 仪器及装置

4.1 分光光度计。

4.2 蒸馏器(见图1)。



1—蒸馏器(50 mL,  $\phi 16$  mm 标准倒插磨口平底蒸馏瓶); 2— $\phi 16$  mm 标准倒插磨口; 3—氮气进气管( $\phi_{外}$  6 mm);  
4—冷凝管; 5—导管( $\phi_{内}$  3 mm); 6—吸收管( $\phi 16$  mm 刻度试管); 7—控温电炉

图1 氯蒸馏装置

4.3 控温电炉。

5 分析步骤

5.1 试料

按表1称取试样。

表1

氯量 %	试料 g
0.001~0.003	0.500 0
>0.003~0.006	0.400 0

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

GB/T 8220.8—1998

- 5.3.1 将盛有 8 mL 氢氧化钠溶液(3.8)的 15 mL 吸收管接于蒸馏装置的导出管,以每秒 3~5 个气泡的速度通入氮气,开启冷却水。
- 5.3.2 将试料(5.1)置于干燥的蒸馏瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.3),立即将蒸馏瓶装在蒸馏装置上,并将其放于控温电炉上。
- 5.3.3 接通电源,控制炉温在 250℃±20℃,蒸馏 1 h。关闭电源,取下吸收管。
- 5.3.4 向吸收管中加入 1.5 mL 高氯酸(3.4),混匀,冷却至室温,加入 1.0 mL 硫氰酸汞-甲醇溶液(3.6),混匀。加入 3.0 mL 高氯酸铁溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。静置 20 min。
- 5.3.5 移取部分溶液(5.3.4)置于 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的氯量。
- 5.4 工作曲线的绘制
  - 5.4.1 分别移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 和 3.00 mL 氯标准溶液(3.10)于一组 15 mL 比色管中,用水稀释至 8 mL。以下按 5.3.4 进行。
  - 5.4.2 将部分溶液(5.4.1)移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。以氯量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算氯的百分含量:

$$Cl(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——自工作曲线上查得的氯量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$ ——试料的质量,  $\text{g}$ 。

分析结果应保留 2 位有效数字。

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

%

氯 量	允 许 差
0.001 0~0.003 0	0.000 5
>0.003 0~0.006 0	0.000 7