

中华人民共和国国家标准

砷化学分析方法
二硫代二安替比林基甲烷
光度法测定铋量

UDC 669.778:543
.42:546.87

GB 4373.4-84

Methods for chemical analysis of arsenic
The dithiodiantipryl methane photometric
method for the determination of bismuth content

本标准适用于砷中铋量的测定。测定范围：0.010~0.200%。

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、硝酸溶解，蒸至近干，加几滴盐酸及少量水溶解，调节溶液酸度为pH3~4，加显色剂显色后，于分光光度计波长520nm处测量其吸光度。显色溶液中分别存在100μg以下的铜、银及20μg以下的镉、硒、碲不影响测定。

2 试剂

2.1 盐酸（比重1.19）。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 硝酸（比重1.42）。

2.4 氢氧化铵（1+1）。

2.5 酒石酸溶液（25%）。

2.6 抗坏血酸溶液（5%）。

2.7 显色剂溶液：称取0.2g二硫代二安替比林基甲烷，置于100ml烧杯中，加入20ml无水乙醇、20ml冰乙酸和160ml水，微热使其溶解，过滤于塑料瓶中备用。

2.8 铋标准贮存溶液：称取0.5000g纯铋（99.9%以上），置于100ml烧杯中，加入10ml水和10ml硝酸（2.3），加热溶解，继续蒸发至1~2ml。稍冷后加入20ml硝酸（1+9），煮沸，取下冷却。移入500ml容量瓶中。以硝酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.0mg铋。

2.9 铋标准溶液：移取50.00ml铋标准贮存溶液（2.8），置于500ml容量瓶中，用硝酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.10mg铋。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

4.1 砷试样须经80目筛网筛分，筛上直径应不大于2mm。

4.2 试样加工后保存在干燥器中，当天称取进行分析，并按筛上与筛下比为3:1称取试样。

GB 4373.4—84

5 分析步骤

5.1 测定数量

称取两份试样进行测定，取其平均值。

5.2 试样量

按表 1 称取试样

表 1

铋 量, %	试 样 量, g
0.010~0.080	0.4000
>0.080~0.200	0.2000

5.3 测定

5.3.1 将试样 (5.2) 置于 100 ml 烧杯中，加入 5 ml 盐酸 (2.1)、3 ml 硝酸 (2.3)，盖上表皿，低温加热溶解，继续蒸发至近干，取下稍冷。加入 6 滴盐酸 (2.1)，用水洗表皿及杯壁，煮沸 2~3 min，冷却。将溶液移入 50 ml 比色管中，用水洗涤烧杯，洗液并入比色管中。

5.3.2 加入 2 ml 酒石酸溶液 (2.5)、2 ml 抗坏血酸溶液 (2.6)，用氢氧化铵 (2.4) 与盐酸 (2.2) 调溶液至 PH 3~4 (以 0.5~5.0 pH 试纸检查)，加入 4.0 ml 显色剂溶液 (2.7)，以水稀释至刻度，混匀。

5.3.3 将部分溶液移入 3 cm 或 1 cm 比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。

5.3.4 从工作曲线上查出相应的铋量。

5.4 工作曲线的绘制

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 铋标准溶液 (2.9)，分别置于一组 50 ml 比色管中，以下按 5.3.2~5.3.3 款进行。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：

$$Bi(\%) = \frac{m_1}{m_0 \times 10}$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的铋量，mg；

m_0 ——试样量，g。

分析结果表示到小数点后三位。

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。

GB 4373.4—84

表 2

%

秘 量	允 许 差
0.010~0.040	0.003
0.040~0.100	0.008
0.100~0.200	0.016

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。
 本标准由湖南水口山矿务局负责起草。
 本标准由湖南水口山矿务局研究所起草。
 本标准主要起草人凌宗干、刘彬彬。