



中华人民共和国国家标准

GB/T 8220.9—1998

铋化学分析方法砷共沉淀- 示波极谱法测定碲量

Methods for chemical analysis of bismuth
—Determination of tellurium content—
Coprecipitation with arsenic-oscillopolarographic method

1998-08-19 发布

1999-03-01 实施

国家质量技术监督局 发布



中华人民共和国国家标准

GB/T 8220.9—1998

铋化学分析方法砷共沉淀- 示波极谱法测定碲量

Methods for chemical analysis of bismuth
—Determination of tellurium content—
Coprecipitation with arsenic-oscillopolarographic method

1998-08-19 发布

1999-03-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是对 GB 8220.9—87《铋化学分析方法 示波极谱法测定碲量》的修订,修订时将原有机萃取分离改为共沉淀分离,并保留原极谱测定方法不变。

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 8220.9—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起草。

本标准主要起草人:钟鸣、向德磊。

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

铋化学分析方法砷共沉淀- 示波极谱法测定碲量

GB/T 8220.9—1998

Methods for chemical analysis of bismuth

代替 GB 8220.9—87

—Determination of tellurium content—

Coprecipitation with arsenic-oscillopolarographic method

1 范围

本标准规定了铋中碲量的测定方法。

本标准适用于铋中碲量的测定。测定范围:0.000 2%~0.001 5%。

2 方法提要

试料用硝酸分解,在 6 mol/L 盐酸介质中,以硫酸铜作催化剂,用砷共沉淀碲,使其与主体铋分离,于硫酸-氯化钠底液中,在示波极谱仪峰电位-0.85 V 处测量峰电流,以标准曲线法计算碲量。

3 试剂

3.1 次亚磷酸钠。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1),优级纯。

3.6 硝酸(2+1),优级纯。

3.7 硫酸(1+1),优级纯。

3.8 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.9 氯化钠溶液(300 g/L),优级纯。

3.10 硫酸铜溶液($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 g/L)。

3.11 盐酸羟胺溶液(200 g/L),用时现配。

3.12 盐酸洗液:500 mL 盐酸(1 mol/L)中加 1 g 次亚磷酸钠。

3.13 溴饱和硝酸:硝酸中加入适量的溴使其达到饱和。

3.14 甲基红乙醇溶液(0.5 g/L)。

3.15 砷溶液:称取 0.66 g 三氧化二砷于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 氢氧化钠溶液(3.8),加热溶解,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.16 铋溶液:称取 0.5 g 金属铋($\geq 99.99\%$)置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.6),加热溶解,取下,加入 3 mL 高氯酸(3.4),蒸至冒烟,取下,冷却。用水吹洗表皿及杯壁再蒸至冒烟,取下,冷却,加入 10 mL 高氯酸(3.4),移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铋。

3.17 碲标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 碲($\geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.6),

国家质量技术监督局 1998-08-19 批准

1999-03-01 实施

加热溶解,取下,冷却。加入 3 mL 高氯酸(3.4),蒸至冒烟,取下,冷却。用水吹洗表皿及杯壁再蒸至冒烟,取下,冷却。加入 10 mL 高氯酸(3.4),移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 碲。

3.18 碲标准溶液:移取 10.00 mL 碲标准贮存溶液(3.17)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μ g 碲。

4 仪器

示波极谱仪。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

碲 量 %	试 料 g
0.000 2~0.000 7	2.000
>0.000 7~0.001 5	1.000

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.6),加热溶解,于低温处蒸至近干。加入 4 mL 盐酸(3.2),再蒸至近干并重复操作一次。取下,冷却。

5.3.2 加入 50 mL 盐酸(3.5)、3 mL 砷溶液(3.15)、1 mL 硫酸铜溶液(3.10),于电热板上加热溶解盐类后,加入 1 g 次亚磷酸钠(3.1),搅拌,煮沸 5 min,保温 30 min,用 0.5 g 脱脂棉过滤,先用盐酸洗液(3.12)洗脱脂棉 2 次,过滤后用热盐酸洗液(3.12)洗烧杯 3 次,洗沉淀 6 次,再用热水洗烧杯 3 次,洗沉淀 5 次。用 6 mL 溴饱和硝酸(3.13)分次将沉淀溶解于原烧杯中,用热水洗脱脂棉 3 次。用 2 mL 溴饱和硝酸(3.13)淋洗杯壁,加入 2 mL 高氯酸(3.4),盖上表皿,于低温处蒸至冒烟,取下,冷却。用水吹洗表皿及杯壁再蒸至冒烟,取下,冷却。

5.3.3 吹入少量水,加入 0.5 mL 铋溶液(3.16)、1 滴甲基红乙醇溶液(3.14),用氢氧化钠溶液(3.8)调至溶液恰变黄色,移入 25 mL 容量瓶中,用 0.2 mL 硫酸(3.7)和 10.0 mL 氯化钠溶液(3.9)洗涤烧杯,再用水洗涤 2 次,将洗涤液合并于容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸羟胺溶液(3.11),以水稀释至刻度,混匀,放置 15 min。

5.3.4 将少量溶液倒入电解杯中,在示波极谱仪峰电位 -0.85 V 处测量其峰电流。减去试料空白溶液的峰电流,于工作曲线上查出相应的碲量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、1.50、3.00、4.50、6.00、7.50 mL 碲标准溶液(3.18),分别置于一系列 25 mL 容量瓶中,以下按 5.3.3 进行。

5.4.2 将少量溶液倒入电解杯中,在示波极谱仪峰电位 -0.85 V 处测量峰电流。减去试剂空白溶液的峰电流,以碲量为横坐标,峰电流为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算碲的百分含量:

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

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的砷量， μg ；

m_0 ——试料的质量， 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

%

砷 量	允 许 差
0.000 2~0.000 7	0.000 1
>0.000 7~0.001 5	0.000 3

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铋化学分析方法砷共沉淀-
示波极谱法测定砷量
GB/T 8220.9—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
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 1/2 字数 7 千字
1999年2月第一版 1999年2月第一次印刷
印数 1—800

*

书号: 155066·1-15503 定价 8.00 元

*

标 目 364—38



GB/T 8220.9—1998