

中国国家标准汇编

73

GB 6520~6587

中国标准出版社

1 9 9 0

中国国家标准汇编

73

GB 6520~6587

中国标准出版社总编室 编

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

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 50.75 字数 1 432 000

1991年 8月第一版 1991年 8月第一次印刷

印数 1— 9 000 [精] 定价 29.90 [精]
2 800 [平] 25.20 [平]

*

ISBN 7-5066-0358-6/TB·144 [精]

ISBN 7-5066-0359-4/TB·145 [平]

*

标 目 163—06 [精]
163—05 [平]

出版说明

《中国国家标准汇编》是一部大型综合性工具书，自1983年起，以精装本、平装本两种装帧形式，分若干分册陆续出版。本汇编在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就，是各级标准化管理机构及工矿企事业单位，农林牧副渔系统，科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

本汇编收入公开发行的全部现行国家标准，按国家标准号顺序编排。凡遇到顺序号短缺，除特殊注明外，均为作废标准号或空号。

本分册为第73分册，收入了国家标准GB 6520~6587的最新版本。由于标准不断修订，读者在使用和保存本汇编时，请注意各标准末页是否有勘误表或修改通知单，并及时更换修订过的标准。

中国标准出版社除出版《中国国家标准汇编》外，还出版国家标准、行业标准的单行本及各种专业标准汇编，以满足不同读者的需要。

中国标准出版社

1990年10月

目 录

GB 6520.1—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	邻二氮杂菲光度法测定铁量·····	(1)
GB 6520.2—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	铬天青S - 聚乙二醇辛基苯基醚光度法 测定铝量·····	(4)
GB 6520.3—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	碘化钾光度法测定铋量·····	(7)
GB 6520.4—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	结晶紫光度法测定铋量·····	(10)
GB 6520.5—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	苯荧光酮 - 聚乙二醇辛基苯基醚光度法 测定锡量·····	(13)
GB 6520.6—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	高碘酸盐光度法测定锰量·····	(16)
GB 6520.7—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	钼钼黄光度法测定磷量·····	(19)
GB 6520.8—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定砷 量·····	(22)
GB 6520.9—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	原子吸收分光光度法测定锌量·····	(25)
GB 6520.10—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	原子吸收分光光度法测定镍量·····	(29)
GB 6520.11—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅量·····	(33)
GB 6520.12—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	电解 - 原子吸收分光光度法测定铜量·····	(37)
GB 6520.13—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	EDTA 滴定法测定镍量·····	(43)
GB 6520.14—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法	重量法测定硅量·····	(46)
GB 6521—86	氧化铝粉末安息角的测定·····		(49)
GB 6522—86	氧化铝粉末松装密度的测定·····		(52)
GB 6523—86	氧化铝粉末有效密度的测定 比重瓶法·····		(55)
GB 6524—86	金属粉末粒度分布的测定——光透法·····		(60)
GB 6525—86	烧结金属材料室温压缩强度的测定·····		(67)
GB 6526—86	自熔合金粉末固 - 液相线温度区间的测定方法·····		(71)
GB 6527.1—86	安全色卡·····		(74)
GB 6527.2—86	安全色使用导则·····		(77)
GB 6528—86	玻璃生产配料车间防尘技术规程·····		(91)
GB 6529—86	纺织品的调湿和试验用标准大气·····		(99)
GB 6530—86	绳索 试验用的取样和调湿·····		(122)
GB 6531—86	原油和燃料油中沉淀物测定法(抽提法)·····		(126)
GB 6532—86	原油及其产品的盐含量测定法·····		(130)
GB 6533—86	原油中水和沉淀物测定法(离心法)·····		(135)
GB 6534—86	汽油气 - 液比测定法·····		(142)
GB 6535—86	汽油铅含量测定法(铬酸盐容量法)·····		(147)
GB 6536—86	石油产品蒸馏测定法·····		(152)
GB 6537—86	3号喷气燃料·····		(168)
GB 6538—86	发动机油表观粘度测定法(冷启动模拟机法)·····		(172)
GB 6539—86	轻质石油产品电导率测定法·····		(177)
GB 6540—86	石油产品颜色测定法·····		(180)
GB 6541—86	石油产品油对水界面张力测定法(圆环法)·····		(184)
GB 6542—86	直接电弧炉的试验方法·····		(187)

GB 6543—86	瓦楞纸箱	(196)
GB 6544—86	瓦楞纸板	(206)
GB 6545—86	瓦楞纸板 耐破强度的测定方法	(211)
GB 6546—86	瓦楞纸板 边压强度的测定方法	(213)
GB 6547—86	瓦楞纸板 厚度的测定方法	(215)
GB 6548—86	瓦楞纸板 粘合强度的测定方法	(217)
GB 6549—86	氯化钾	(220)
GB 6549.1—86	氯化钾 钾含量的测定 四苯硼钾重量法	(222)
GB 6549.2—86	氯化钾 氯含量的测定 汞量法和银量法	(225)
GB 6549.3—86	氯化钾 钠含量的测定 火焰发射光谱法	(229)
GB 6549.4—86	氯化钾 钙和镁含量的测定 原子吸收光谱法和EDTA容量法	(231)
GB 6549.5—86	氯化钾 硫酸根离子含量的测定 硫酸钡重量法和分光光度法	(235)
GB 6549.6—86	氯化钾 水分含量的测定 重量法	(238)
GB 6549.7—86	氯化钾 水不溶物含量的测定 重量法	(240)
GB 6550—86	信息处理交换用9磁道12.7mm宽63行/毫米调相制记录磁带	(242)
GB 6551—89	船舶安全开航技术要求 通信与导航	(255)
GB 6552—86	玻璃瓶罐抗机械冲击试验方法	(269)
GB 6553—86	评定在严酷环境条件下使用的电气绝缘材料耐漏电起痕性和耐电蚀损的试验方法	(272)
GB 6554—86	电气绝缘涂敷粉末试验方法	(280)
GB 6555—86	明线3路载波电话设备技术要求	(298)
GB 6556—86	机械密封的型式、主要尺寸、材料和识别标志	(303)
GB 6557—86	挠性转子的机械平衡	(315)
GB 6558—86	挠性转子平衡的评定准则	(337)
GB 6559—86	自攻锁紧螺钉的螺杆 粗牙普通螺纹系列	(348)
GB 6560—86	十字槽盘头自攻锁紧螺钉	(351)
GB 6561—86	十字槽沉头自攻锁紧螺钉	(354)
GB 6562—86	十字槽半沉头自攻锁紧螺钉	(357)
GB 6563—86	六角头自攻锁紧螺钉	(360)
GB 6564—86	内六角花形圆柱头自攻锁紧螺钉	(363)
GB 6565—86	职业分类和代码	(366)
GB 6566—86	建筑材料放射卫生防护标准	(419)
GB 6567.1—86	管路系统的图形符号 基本原则	(424)
GB 6567.2—86	管路系统的图形符号 管路	(425)
GB 6567.3—86	管路系统的图形符号 管件	(430)
GB 6567.4—86	管路系统的图形符号 阀门和控制元件	(433)
GB 6567.5—86	管路系统的图形符号 管路、管件和阀门等图形符号的轴测图画法	(438)
GB 6568.1—86	带电作业用屏蔽服	(443)
GB 6568.2—86	带电作业用屏蔽服试验方法	(449)
GB 6569—86	工程陶瓷弯曲强度试验方法	(471)
GB 6570—86	微波二极管测试方法	(475)
GB 6571—86	小功率信号二极管、稳压及基准电压二极管测试方法	(550)
GB 6572.1—86	挖掘机名词术语—液压式	(578)
GB 6572.2—86	挖掘机名词术语—机械式	(618)
GB 6573—86	拖拉机柴油机散热器型号编制方法	(637)

GB 6574—86	拖拉机柴油机散热器型式、参数和连接尺寸	(638)
GB 6575—86	机床润滑说明书格式	(652)
GB 6576—86	机床润滑系统	(656)
GB 6577—86	液压缸活塞用带支承环密封沟槽型式、尺寸和公差	(665)
GB 6578—86	液压缸活塞杆用防尘圈沟槽型式、尺寸和公差	(669)
GB 6579—86	实验室玻璃仪器热冲击试验方法	(678)
GB 6580—86	玻璃耐沸腾混合碱水溶液浸蚀性的试验方法和分级	(681)
GB 6581—86	玻璃在100℃耐盐酸浸蚀性的火焰发射或原子吸收光谱测定方法	(685)
GB 6582—86	玻璃在98℃耐水性的颗粒试验方法和分级	(688)
GB 6583.1—86	质量管理和质量保证 术语 第一部分	(692)
GB 6584—86	滚动轴承附件 退卸衬套外形尺寸	(696)
GB 6585—86	通用阴极射线示波器测试方法	(710)
GB 6586—86	通用阴极射线示波器技术条件	(741)
GB 6587.1—86	电子测量仪器 环境试验总纲	(779)
GB 6587.2—86	电子测量仪器 温度试验	(783)
GB 6587.3—86	电子测量仪器 湿度试验	(786)
GB 6587.4—86	电子测量仪器 振动试验	(789)
GB 6587.5—86	电子测量仪器 冲击试验	(793)
GB 6587.6—86	电子测量仪器 运输试验	(796)
GB 6587.7—86	电子测量仪器 基本安全试验	(799)
GB 6587.8—86	电子测量仪器 电源频率与电压试验	(804)

硅青铜、硅黄铜化学分析方法
邻二氮杂菲光度法测定铁量

UDC 669.35/782
: 543.06

GB 6520.1—86

Methods for chemical analysis
of silicon bronze and silicon brass
The 1, 10 phenanthroline photometric
method for the determination of iron content

本标准适用于硅青铜、硅黄铜中铁量的测定。测定范围：0.020~0.800%¹⁾。

本标准等效采用国际标准ISO 1812—1976《铜合金——铁量的测定——1, 10-二氮杂菲（菲啉）分光光度法》¹⁾。

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、过氧化氢及氢氟酸溶解。

2 试剂

2.1 甲基异丁基酮。

2.2 氢氟酸 (ρ 1.15g/ml)。

2.3 过氧化氢 (ρ 1.10g/ml)。

2.4 盐酸 (7 + 3)。

2.5 盐酸 (1 + 1)。

2.6 抗坏血酸溶液 (1%)：此溶液可稳定3日。

2.7 邻二氮杂菲缓冲溶液：称取1.0g邻二氮杂菲 [$C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$] 于600ml烧杯中，用5ml盐酸 (ρ 1.19g/ml) 溶解，加入215ml冰乙酸 (ρ 1.05g/ml)，冷却，缓缓加入265ml氢氧化铵 (ρ 0.90g/ml)，冷却。用pH计测量，如pH不在6.0~6.5之间，需加入冰乙酸或氢氧化铵调节，然后用水稀释至500ml，混匀。

2.8 铁标准贮存溶液：称取0.1000g纯铁置于150ml烧杯中，用20ml盐酸 (ρ 1.19g/ml) 加热至完全溶解，冷却。移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg铁。

2.9 铁标准溶液：移取50.00ml铁标准贮存溶液 (2.8)，置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10 μ g铁。

采用说明：

- 1) 铜合金中铁量的测定，国际标准适用范围上限为0.400%，等效采用时使用减少试样量的方法，使测定范围上限为0.800%。于6 mol/L盐酸介质中，以甲基异丁基酮萃取三价铁氯化络合物，与干扰元素分离。用抗坏血酸溶液将铁自有机相反萃取，在微酸性溶液中，二价铁与邻二氮杂菲生成红色络合物，于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。

3 仪器

分光光度计。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

铁 量 ， %	试 样 量 ， g	稀 释 体 积， ml	移 取 体 积， ml
0.020 ~ 0.040	1.000	100	20.00
>0.040 ~ 0.080			10.00
>0.080 ~ 0.200		5.00	
>0.200 ~ 0.400			250
>0.400 ~ 0.800			500

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于聚乙烯杯中,加入10ml盐酸(2.4),分次加入8ml过氧化氢(2.3)、10滴氢氟酸(2.2)溶解。待试样完全溶解后,将溶液移入200ml烧杯中,煮沸约2min,以除尽多余的过氧化氢,冷却。

4.3.2 按表1将溶液移入容量瓶中,用盐酸(2.5)洗涤烧杯,洗液并入容量瓶中,用盐酸(2.5)稀释至刻度,混匀。

4.3.3 按表1移取溶液置于125ml分液漏斗中,补加盐酸(2.5)使溶液总体积为25ml。

4.3.4 向分液漏斗中加入20ml甲基异丁基酮(2.1),振荡15s,静置分层后弃去水相。用20ml盐酸(2.5)洗涤有机相三次,直至无铜,如分层有困难,可加2ml汽油(沸点范围约为40~100℃)到乳相混合物中,不要摇动以加速分层。用二份10ml抗坏血酸溶液(2.6)从有机相中重复萃取铁,每次振荡20s。

4.3.5 将萃取的水相移入50ml容量瓶中,加5.0ml邻二氮杂菲缓冲溶液(2.7),用水稀释至刻度,混匀。

4.3.6 在30min内将部分溶液移入2cm比色皿中,以水为参比,于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。所测吸光度减去随同试样的空白吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

4.4 工作曲线的绘制

移取0、1.50、3.00、4.50、6.00、7.50、9.00ml铁标准溶液(2.9),分别置于一组50ml容量瓶中,

采用说明:

1) 国际标准ISO 1812—1976使用1,10-二氮杂菲盐酸盐 $[\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}]$,而我国产品为邻二氮杂菲 $[\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$,所以,本标准使用美国标准ANSI ASTM E478—82的配制方法。

加入20ml抗坏血酸溶液(2.6),混匀,静置1 min。加5.0ml邻二氮杂菲缓冲溶液(2.7),用水稀释至刻度,混匀。在30min内将部分溶液移入2 cm比色皿中,以水为参比,于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。所测吸光度减去试剂空白吸光度,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铁量, μg ;

V_0 ——溶液总体积, ml;

V_1 ——分取溶液体积, ml;

m_0 ——试样量, g。

6 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

铁 量	允 许 差
0.020 ~ 0.040	0.006
>0.040 ~ 0.080	0.010
>0.080 ~ 0.200	0.025
>0.200 ~ 0.400	0.050
>0.400 ~ 0.800	0.080

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由洛阳铜加工厂负责起草。

本标准由洛阳铜加工厂中央试验室起草。

本标准主要起草人马曼玲。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 597—65《硅青铜、硅黄铜化学分析方法》作废。

硅青铜、硅黄铜化学分析方法
铬天青S - 聚乙二醇辛
基苯基醚光度法测定铝量

UDC 669.35' 782
: 543.06

GB 6520.2-86

Methods for chemical analysis of
silicon bronze and silicon brass
The chrome azurol S-p-octyl polyethylene
glycol phenyl ether photometric method for
the determination of aluminium content

本标准适用于硅青铜、硅黄铜中铝量的测定。测定范围：0.010~0.150%。

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，加盐酸蒸干使硅酸脱水并过滤除去。在微酸性溶液中，铝与铬天青S及聚乙二醇辛基苯基醚生成络合物。于分光光度计波长630nm处测量其吸光度。铜、铁的干扰分别用硫脲、Zn-EDTA掩蔽。

2 试剂

2.1 硝酸 (ρ 1.42g/ml)，超纯。

2.2 盐酸 (ρ 1.19g/ml)，超纯。

2.3 盐酸 (1 + 1)，超纯。

2.4 盐酸 (3 + 97)，超纯。

2.5 盐酸 (1 + 99)，超纯。

2.6 氢氧化铵 (1 + 15)，特纯，贮存于塑料瓶中。

2.7 Zn-EDTA溶液：称取3.300g纯锌（纯度不小于99.99%），溶于20ml盐酸（2.2）中；另称取18.600g乙二胺四乙酸二钠（EDTA）[$C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$]，溶于500ml水中，将二者混合均匀，用氢氧化铵（1 + 1，特纯）与盐酸（2.3）调整pH4~5，用水稀释至1000ml，混匀。

2.8 氯化铵溶液（20%）。

2.9 盐酸羟胺溶液（1%），当日配制。

2.10 硫脲溶液（10%）。

2.11 铬天青S溶液（0.05%）：称取0.500g铬天青S溶于300ml水及700ml乙醇（无水）中。

2.12 聚乙二醇辛基苯基醚（乳化剂OP）溶液：移取1.00ml乳化剂OP溶于1000ml乙醇（无水，1 + 1）中。

2.13 六次甲基四胺缓冲溶液：称取40g六次甲基四胺溶于100ml水中，加入10ml盐酸（2.2），混匀。

2.14 混合显色液：将铬天青S溶液（2.11）、乳化剂OP溶液（2.12）、六次甲基四胺缓冲溶液（2.13）等体积混合均匀。用时现配。

2.15 甲基橙溶液（0.1%）。

2.16 铜盐溶液:称取0.5000g纯铜(含铝量不大于0.0005%),置于150ml烧杯中,加入6ml盐酸(2.2)、2ml硝酸(2.1),盖上表皿,加热至完全溶解。以水洗涤表皿及杯壁,蒸发至干,冷却,加入5ml盐酸(2.2),再蒸发至干,冷却。加入10ml盐酸(2.3),10ml氯化铵溶液(2.8),温热使盐类溶解,冷却。移入100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.17 铝标准贮存溶液:称取0.1000g纯铝,溶于10ml氢氧化钠溶液(10%)中,用盐酸(2.3)中和至沉淀溶解并过量20ml,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含100μg铝。

2.18 铝标准溶液:移取10.00ml铝标准贮存溶液(2.17)置于1000ml容量瓶中,加入10ml盐酸(2.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含1μg铝。

3 仪器

分光光度计。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

铝 量 %	试 样 量 g	第 一 次 稀释溶液体积	第 一 次 移取溶液体积	第 二 次 稀释溶液体积	第 二 次 移取溶液体积
		ml			
0.010~0.050	0.5000	100	20.00	50	5.00
>0.050~0.150			10.00	100	

4.2 空白试验

称取0.5000g纯铜(含铝量不大于0.0005%),随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于150ml烧杯中,加入6ml盐酸(2.2)、2ml硝酸(2.1),盖上表皿,加热使试样完全溶解。以水洗涤表皿及杯壁,蒸发至干,冷却,加入5ml盐酸(2.2),再蒸发至干,冷却。加入10ml盐酸(2.3)、10ml氯化铵溶液(2.8),温热使盐类溶解。

4.3.2 用中速定量滤纸过滤,滤液收集于100ml容量瓶中,以热盐酸(2.4)洗涤烧杯和沉淀至无铜离子的颜色,再以热水洗涤8~12次。弃去沉淀,将滤液冷却,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.3 按表1第一次移取溶液体积移取溶液,置于第二次稀释溶液体积相对应的容量瓶中,用盐酸(2.5)稀释至刻度,混匀。

4.3.4 移取5.00ml溶液(4.3.3),置于50ml容量瓶中。对于铝量大于0.050%的试样,应向试样溶液及空白溶液中各加入1.5ml铜盐溶液(2.16)。

4.3.5 向溶液中连续地加入3ml Zn-EDTA溶液(2.7)、10ml氯化铵溶液(2.8)、1ml盐酸羟胺溶液(2.9)、1滴甲基橙溶液(2.15),用氢氧化铵(2.6)中和至溶液恰变为黄绿色,立即滴加盐酸(2.4)至红紫色并过量2ml。加入3ml硫脲溶液(2.10),摇动15~20s,立即加入15ml混合显色液(2.14),用水稀释至刻度,混匀。放置30min。

4.3.6 将部分溶液移入2cm比色皿中,以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长630nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铝量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 移取0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml铝标准溶液(2.18),分别置于一组50ml容量瓶中,依次加入5.0、4.0、3.0、2.0、1.0、0ml盐酸(2.5),加入2ml铜盐溶液(2.16)。以下按4.3.5款进行。

4.4.2 将部分溶液移入2cm比色皿中,以补偿溶液为参比,于分光光度计波长630nm处测量其吸光度,以铝量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铝的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1 \cdot V_3} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铝量, μg ;

V_0 ——第一次稀释溶液总体积, ml;

V_2 ——第二次稀释溶液体积, ml;

V_1 ——第一次分取溶液体积, ml;

V_3 ——第二次分取溶液体积, ml;

m_0 ——试样量, g。

6 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

%

铝 量	允 许 差
0.010~0.030	0.004
>0.030~0.080	0.010
>0.080~0.150	0.020

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由洛阳铜加工厂负责起草。

本标准由洛阳铜加工厂中央试验室起草。

本标准主要起草人马曼玲。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准YB 597—65《硅青铜、硅黄铜化学分析方法》作废。

硅青铜、硅黄铜化学分析方法
碘化钾光度法测定铋量

UDC 669.35/782
: 543.06

GB 6520.3—86

Methods for chemical analysis of
silicon bronze and silicon brass
The potassium iodide photometric method
for the determination of bismuth content

本标准适用于硅黄铜中铋量的测定。测定范围：0.0015～0.0050%。

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，加氢氟酸溶解硅化物。在氟化钾存在下，用二氧化锰共沉淀铋与干扰元素分离。在硝酸性介质中，铋与碘化钾生成黄色络合物，于分光光度计波长470 nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氟化钾 ($KF \cdot 2H_2O$)。

2.2 氢氟酸 ($\rho 1.15g/ml$)。

2.3 氢氧化铵 ($\rho 0.90g/ml$)。

2.4 过氧化氢 ($\rho 1.10g/ml$)。

2.5 硝酸 (1 + 1)。

2.6 硝酸 (2 + 98)。

2.7 硝酸锰溶液：1 体积硝酸锰溶液 (50%) 与 4 体积水混匀。

2.8 高锰酸钾溶液 (1%)。

2.9 碘化钾溶液 (40%)。

2.10 硫脲溶液 (10%)。

2.11 铋标准贮存溶液：称取0.1000g纯铋，置于200ml烧杯中，加入20ml硝酸 (2.5)，加热至完全溶解，煮沸除去氮的氧化物，冷却。移入预先加入40ml硝酸 ($\rho 1.42g/ml$) 的1000ml容量瓶中，在不断摇动下，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.1mg铋。

2.12 铋标准溶液：移取20.00ml铋标准贮存溶液 (2.11)，置于预先加入10ml硝酸 (2.5) 的100ml容量瓶中，在不断摇动下，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含20μg铋。

3 仪器

分光光度计。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取3.000g试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样 (4.1) 置于400ml烧杯中, 加入30ml硝酸 (2.5), 盖上表皿, 加热使试样完全溶解。滴加氢氟酸 (2.2) 至溶液澄清, 煮沸除去氮的氧化物。以水洗涤表皿和杯壁, 稀释至体积约150ml。

4.3.2 加入3g氟化钾 (2.1), 搅拌使其溶解。用氢氧化铵 (2.3) 中和至出现经搅拌也不消失的混浊, 再以硝酸 (2.5) 反中和至沉淀恰好溶解, 过量10ml, 加入10ml硝酸锰溶液 (2.7)。

4.3.3 将溶液加热至60~80℃, 在搅拌下滴加10ml高锰酸钾溶液 (2.8), 继续搅拌1min, 加热微沸3~5min, 静置3min。

4.3.4 用快速定量滤纸过滤, 以热硝酸 (2.6) 洗涤烧杯及沉淀3次, 保留沉淀和滤纸。将滤液移入原烧杯中, 按4.3.3款进行, 用保留的滤纸过滤, 以热硝酸 (2.6) 洗涤烧杯及沉淀12~15次。

4.3.5 用含有3ml过氧化氢 (2.4) 的15ml温硝酸 (2.5), 分次将沉淀溶解于原烧杯中, 以热硝酸 (2.6) 洗涤滤纸5~6次。

4.3.6 将溶液煮沸除尽过氧化氢, 并低温蒸发至体积8~10ml, 以水洗涤表皿和杯壁, 冷却。

4.3.7 移入50ml容量瓶中, 以水洗涤烧杯, 洗液合并于容量瓶中, 使体积不超过25ml。加入10ml碘化钾溶液 (2.9)、10ml硫脲溶液 (2.10), 用水稀释至刻度, 混匀。放置3min。

4.3.8 将部分溶液移入3cm比色皿中, 以随同试样的空白为参比, 于分光光度计波长470nm处测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的铋量。

注: 显色溶液应在30min内测量完毕。

4.4 工作曲线的绘制

移取0、1.50、3.00、4.50、6.00、7.50ml铋标准溶液 (2.12), 分别置于一组50ml容量瓶中, 加入12ml硝酸 (2.5)、10ml碘化钾溶液 (2.9)、10ml硫脲溶液 (2.10), 用水稀释至刻度, 混匀。放置3min。将部分溶液移入3cm比色皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长470nm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

按下式计算铋的百分含量:

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

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铋量, μg ;

m_0 ——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。

铋 量	允 许 差
0.0015~0.0050	0.0006

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由洛阳铜加工厂负责起草。

本标准由洛阳铜加工厂中央试验室起草。

本标准主要起草人姬德厚。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 597—65《硅青铜、硅黄铜化学分析方法》作废。

硅青铜、硅黄铜化学分析方法
结晶紫光度法测定锑量

UDC 669.35 782
: 543.06

GB 6520.4—86

Methods for chemical analysis of
silicon bronze and silicon brass
The crystal violet photometric method
for the determination of antimony content

本标准适用于硅青铜、硅黄铜中锑量的测定。测定范围：0.0010~0.070%。

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

试样用硫酸、硝酸溶解，加氢氟酸溶解硅化物，蒸干除尽硝酸根及四氟化硅。在1.6 mol/L盐酸介质中，用甲苯萃取锑络阴离子 $[\text{SbCl}_6]^-$ 与结晶紫生成的络合物，于分光光度计波长610nm处测定其吸光度。

2 试剂

2.1 硫酸钠（无水）。

2.2 氢氟酸（ $\rho 1.15\text{g/ml}$ ）。

2.3 硝酸（1+1）。

2.4 硫酸（1+3）。

2.5 盐酸（5+4）。

2.6 氯化亚锡溶液：称取3 g氯化亚锡 $[\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ ，置于100ml烧杯中，加入30 ml盐酸(2.5)，微热使其溶解。当日配制。

2.7 亚硝酸钠溶液（15%）。

2.8 尿素溶液：称取10 g尿素溶于20 ml水中。

2.9 甲苯。

2.10 结晶紫溶液（0.2%）：称取0.200 g结晶紫，溶于100 ml热水中，过滤后使用。

2.11 锑标准贮存溶液：称取0.1000 g纯锑，加入20 ml硫酸（ $\rho 1.84\text{g/ml}$ ），加热至完全溶解，冷却。移入1000 ml容量瓶中，用硫酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.1 mg锑。

2.12 锑标准溶液：移取10.00 ml锑标准贮存溶液（2.11）置于200 ml容量瓶中，用硫酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5 μg 锑。

3 仪器

分光光度计。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

铋 量 , %	试 样 量 , g	稀 释 体 积 , ml
0.0010~0.0030	0.5000	—
0.0030~0.0070	0.2000	—
0.0070~0.015	0.4000	50
0.015~0.035		100
0.035~0.070	0.2000	

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样 (4.1) 置于150ml烧杯中,加入5 ml硝酸 (2.3)、5 ml硫酸 (2.4),加热使试样完全溶解。加入4~5滴氢氟酸 (2.2),小心蒸发至三氧化硫白烟将要冒尽,冷却。加入10ml盐酸 (2.5),温热使盐类溶解。

注:对铋量大于0.0070%的试样,按表1将溶液移入容量瓶中,用盐酸 (2.5) 洗涤烧杯,洗液并入容量瓶中,用盐酸 (2.5) 稀释至刻度,混匀。移取10.00ml溶液置于原烧杯中。

4.3.2 将溶液加热至近沸,在摇动下滴加1 ml氯化亚锡溶液 (2.6),继续摇动30s,冷却。移入125ml分液漏斗中,用10ml盐酸 (2.5) 分次洗涤烧杯,洗液并入分液漏斗中。

4.3.3 向分液漏斗中加入2 ml亚硝酸钠溶液 (2.7),摇动1 min,放置2 min,加入0.5ml尿素溶液 (2.8),摇动30s。连续地加入25.0ml甲苯 (2.9)、60ml水、0.5ml结晶紫溶液 (2.10),剧烈振荡1 min。静置约10 min,弃去水相,有机相移入预先加入0.5~1.9g硫酸钠 (2.1) 的干燥容量瓶中,盖紧容量瓶塞子,摇动几次,放置约10 min。

4.3.4 将部分溶液移入干燥的2 cm比色皿中,以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长610 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铋量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 移取0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00ml铋标准溶液 (2.12),分别置于一组预先加入10ml盐酸 (2.5) 的150ml烧杯中,以下按4.3.2~4.3.3款进行。

4.4.2 将部分溶液移入干燥的2 cm比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长610nm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

按下式计算铋的百分含量:

$$Sb (\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铋量, μg ;

V_0 ——溶液总体积, ml;

V_1 ——分取溶液体积, ml;

m_0 ——试样量, g。