

铝中间合金化学分析方法 第9部分：铋含量的测定 碘化钾分光光度法

Chemical analysis methods of aluminum hardeners—
Part 9: Determination of bismuth content—
Potassium iodide spectrophotometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
铝中间合金化学分析方法
第9部分：铋含量的测定
碘化钾分光光度法
YS/T 807.9—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

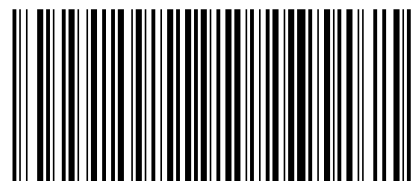
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2013年2月第一版 2013年2月第一次印刷

*

书号: 155066·2-24400 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



YS/T 807.9-2012

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.5 g 试样(第 5 章),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.2),待剧烈反应停止后,加入 1 mL 过氧化氢(3.3)使硅化物分解,低温加热使试料溶解完全,冷却,加入 50 mL 硝酸(3.4),加热使盐类溶解,溶液澄清,取下,滴加少许尿素溶液(3.5),冷却,移入预先加入 50 mL 硝酸(3.4)的 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 根据试料中铋的质量分数,按表 1 移取试液(6.4.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 15 mL 硫酸(3.1),加水至体积约 50 mL,加入 10 mL 硫脲溶液(3.6)及 10 mL 碘化钾溶液(3.7),摇匀,用水稀释至刻度,混匀。

表 1

铋的质量分数/%	分取试液(6.4.1)体积/mL
1.0~8.0	10.00
>8.0~11.0	5.00

6.4.3 放置 20 min,将部分溶液(6.4.2)移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,在分光光度计波长 465 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铋量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铋标准溶液(3.9),各加入 15 mL 硫酸(3.1),加水至体积约 50 mL,摇匀,加入 10 mL 硫脲溶液(3.6)及 10 mL 碘化钾溶液(3.7),摇匀,用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 放置 20 min,将部分溶液移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,在分光光度计波长 465 nm 处,测量其吸光度。以铋量为横坐标,相对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铋含量以铋的质量分数 $w(\text{Bi})$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Bi}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

前 言

YS/T 807—2012《铝中间合金化学分析方法》分为 14 个部分:

- 第 1 部分:铁含量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 2 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法;
- 第 3 部分:镍含量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 4 部分:铬含量的测定 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法;
- 第 5 部分:铅含量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 6 部分:硼含量的测定 离子选择电极法;
- 第 7 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法;
- 第 8 部分:锑含量的测定 碘化钾分光光度法;
- 第 9 部分:铋含量的测定 碘化钾分光光度法;
- 第 10 部分:钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:铜含量的测定 硫代硫酸钠滴定法;
- 第 13 部分:钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;
- 第 14 部分:锶含量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为 YS/T 807—2012 的第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:辽宁忠旺集团有限公司、山东兖矿轻合金有限公司。

本部分主要起草人:张炜华、薛宁、匡玉云、曲凤娇、韦艳琴、孙明杰、王战武、耿玉环、孔丽。

铝中间合金化学分析方法

第9部分:铋含量的测定

碘化钾分光光度法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 807 的本部分规定了铝中间合金中铋含量的测定方法。
本部分适用于铝中间合金中铋含量的测定。测定范围为 1.00%~11.00%。

2 方法提要

试料用氢氧化钠溶解,加入过氧化氢使硅化物分解,用硝酸酸化,在 1 mol/L~2 mol/L 硫酸介质中,Bi(III)与碘化钾形成黄色可溶性络合物,于分光光度计波长 465 nm 处,测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯试剂和亚沸水或不含钾的蒸馏水。

- 3.1 硫酸(1+1)。
- 3.2 氢氧化钠溶液(400 g/L)。
- 3.3 过氧化氢($\rho=1.10\text{g/mL}$)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 尿素溶液(5 g/L)。
- 3.6 硫脲溶液(100 g/L):称取 10 g 硫脲溶于 100 mL 水中,必要时用快速滤纸过滤。用时配制。
- 3.7 碘化钾溶液(200 g/L):称取 20 g 碘化钾和 2 g 抗坏血酸,溶于 100 mL 水中。用时配制。
- 3.8 铋标准贮存溶液(1.0 mg/mL):称取 1.000 0 g 金属铋($\geq 99.95\%$)置于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.4),盖上表皿,缓慢加热溶解完全,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中[预先加入 50 mL 硝酸(3.4)],用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铋。
- 3.9 铋标准溶液(0.10 mg/mL):移取 50.00 mL 铋标准贮存溶液(3.8)于预先加入 50 mL 硝酸(3.4)的 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.10 mg 铋。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。