

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法
半二甲酚橙光度法测定铋量

UDC 669.14/.15
:543.42:546
.87
GB 223.48—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The semixylenol orange photometric method for the
determination of bismuth content

本标准适用于生铁、普钢、合金钢、高温合金和精密合金中铋量的测定。测定范围：0.0002～0.010%。

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，加柠檬酸、EDTA、氟化铵等络合剂后，于pH11时以铜试剂-四氯化碳萃取铋，再以稀盐酸反萃取铋。在0.08N硝酸溶液中铋与半二甲酚橙显色，于分光光度计波长536nm处测量其吸光度。

2 试剂

- 2.1 高氯酸（比重1.67）。
- 2.2 盐酸（比重1.19）。
- 2.3 盐酸（1+1）。
- 2.4 硝酸（比重1.42）。
- 2.5 硝酸（2N）：移取13.50ml硝酸（2.4），用水稀释至100ml，混匀。
- 2.6 氢氧化铵（比重0.90）。
- 2.7 氢氧化铵（1+4）。
- 2.8 氢氧化铵（1+20）。
- 2.9 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.10 四氯化碳。
- 2.11 过氧化氢（比重1.10）。
- 2.12 柠檬酸溶液（50%）。
- 2.13 柠檬酸溶液（1%）。
- 2.14 柠檬酸铵洗液：移取10ml柠檬酸溶液（2.12），加入约20ml水，滴加氢氧化铵（2.6）中和至pH11，用水稀释至100ml，混匀。
- 2.15 氟化铵溶液（20%）：称取20g氟化铵置于聚乙烯杯中，加水溶解并稀释至100ml，混匀，贮于聚乙烯瓶中。
- 2.16 氟化铵溶液（0.1%）：移取1.0ml氟化铵溶液（2.15），用水稀释至200ml，混匀，贮于聚乙烯瓶中。
- 2.17 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液（25%）：称取125gEDTA，加入约300ml水，缓慢加入约40ml氢氧化钠溶液（40%），搅拌至完全溶解（此液pH约为6~7），加水稀释至500ml，贮于聚乙烯瓶中。

2.18 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液(5%)：称取1g二乙基二硫代氨基甲酸钠，加20ml水，加1滴氢氧化铵(2.6)，混匀，用时配制。

2.19 抗坏血酸溶液(10%)，用时配制。

2.20 溴百里酚蓝(0.1%)：称取0.1g溴百里酚蓝，加入3.2ml氢氧化钠溶液(0.05N)，用玻璃棒研细，加水溶解并稀释至100ml，混匀。

2.21 对硝基酚乙醇溶液(1%)。

2.22 半二甲酚橙溶液(0.023%)：称取0.023g半二甲酚橙，加少量水溶解，加2滴硝酸(2.5)，用水稀释至100ml，混匀。

2.23 铋标准溶液

2.23.1 称取0.2500g纯铋(99.9%以上)，置于100ml烧杯中，加入10ml硝酸(2.4)，加热溶解，冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，用硝酸(4+96)稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含250μg铋。

2.23.2 移取10.00ml铋标准溶液(2.23.1)，置于500ml容量瓶中，用硝酸(2+98)稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5μg铋。

3 分析步骤

3.1 试样量

按表1称取试样。

表1

铋量, %	试样量, g	EDTA 溶液加入量, ml		
		I 类试样	II 类试样	III 类试样
0.0002~0.0010	0.5000	13.40	12.60	11.20
0.0010~0.0040	0.2500	6.70	6.30	5.60
0.0040~0.010	0.1000	2.70	2.50	2.20

注：① I 类试样为生铁、普钢及钨、钼、铌、钛、钒含量总和小于4%的合金钢、高温合金、精密合金。

② II 类试样为钨、钼、铌、钛、钒含量总和为4~10%的合金钢、高温合金、精密合金。

③ III 类试样为钨、钼、铌、钛、钒含量总和为10~25%的合金钢、高温合金、精密合金。

3.2 空白试验

随同试样做空白试验。空白试验按3.3.1.1项进行，但没有试样，EDTA溶液(2.17)加入量改为2ml，且不要加过氧化氢。

3.3 测定

3.3.1 纯铁、普钢、合金钢、高温合金、精密合金

3.3.1.1 将试样(3.1)置于100ml烧杯中，加入适量盐酸(2.2)和硝酸(2.4)，加热至完全溶解，加入1ml高氯酸(2.1)，低温蒸发至体积为3~5ml，取下，加入10ml柠檬酸溶液(2.12)，根据称样量不同和试样中钨、钼、铌、钛、钒含量总和高低不同按表1的规定量加入EDTA溶液(2.17)〔如试样含钨、钼、铌、钛，需再加1ml过氧化氢(2.11)〕，滴加氢氧化铵(2.6)至溶液约为pH7(此时，铁基试样溶液变为深红色，镍基含铬试样溶液变为紫灰色)，杯底如有少量沉淀出现，搅拌使其溶解，移入125ml分液漏斗中，以水洗净烧杯，洗液并入分液漏斗中，然后加入2ml氟化铵溶液(2.15)，继续滴加氢氧化铵(2.6)中和至溶液约为pH11，用精密pH试纸检查之〔滴加氢氧化铵(2.6)至溶液微有氨味，再过量约2ml，即可达pH11左右〕，用水稀释溶液至80~90ml。

3.3.1.2 加入2ml铜试剂溶液(2.18)，混匀，加入10ml四氯化碳(2.10)，振荡1min，静置分