

中华人民共和国国家标准

UDC 669.28:543
.42:546.87

钼化学分析方法
碘化钾-马钱子碱光度法测定铋量

GB 4825.2-84

Methods for chemical analysis of molybdenum
The potassium iodide-Brucine photometric method
for the determination of bismuth content

本标准适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵、仲钼酸铵中铋量的测定。测定范围：0.00008 ~ 0.0040%。

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

试样用硝酸溶解并蒸干。用氢氧化钠溶液溶解，以柠檬酸络合主体钼及其杂质元素，在1.1~1.6N硫酸溶液中，加入硫脲消除铜（I）、铁（III）的影响，加入碘化钾，马钱子碱使之与铋形成黄色络合物，用三氯甲烷萃取，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 三氯甲烷。

2.2 硝酸（1+1）优级纯。

2.3 硫酸（1+3）优级纯。

2.4 柠檬酸（ $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ）溶液（50%）优级纯。

2.5 氢氧化钠溶液（40%）优级纯。

2.6 碘化钾溶液（20%）优级纯，贮于棕色瓶中。

2.7 硫脲溶液（10%）。

2.8 马钱子碱溶液（1%）：称取1.000g马钱子碱（ $C_{23}H_{26}O_4N_2 \cdot H_2O$ ）溶于100ml 20%柠檬酸溶液中，贮于棕色瓶中。

2.9 酚酞乙醇溶液（0.1%）。

2.10 铋标准溶液

2.10.1 称取0.1000g金属铋（99.90%以上），用10ml硝酸（比重1.42）溶解后，移入1000ml容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100 μ g铋。

2.10.2 移取25.00ml铋标准溶液（2.10.1），置于500ml容量瓶中，用硝酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5 μ g铋。

3 试样

钼条应粉碎并通过80目筛网。

4 分析步骤

4.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。