

钨化学分析方法
碘化钾-马钱子碱光度法测定铋量

UDC 669.27.543
.42:546.87

GB 4324.2-84

Methods for chemical analysis of tungsten
The potassium iodide-brucine photometric
method for the determination of bismuth content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铋量的测定。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

试样用氢氧化钠溶解，以柠檬酸络合钨，在硫酸介质中，铋(III)与碘化钾-马钱子碱形成三元络合物，用三氯甲烷萃取，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 三氯甲烷。

2.2 硫酸(1+3)。

2.3 氢氧化钠溶液(40%)，优级纯。

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

2.5 硫酸溶液(10%)。

2.6 碘化钾溶液(10%)，贮于棕色瓶中。

2.7 马钱子碱($C_{28}H_{38}O_4N_2 \cdot H_2O$)溶液(1%)：称取1g马钱子碱用柠檬酸溶液(20%)溶解并稀释至100ml，混匀。贮于棕色瓶中。

2.8 酚酞乙醇溶液(1%)。

2.9 铋标准溶液

2.9.1 称取0.1000g金属铋(99.99%以上)，置于200ml烧杯中，加10ml硝酸(比重1.42)，加热溶解，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100μg铋。

2.9.2 移取10.00ml铋标准溶液(2.9.1)，置于200ml容量瓶中，用硝酸(1+9)稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5μg铋。

2.9.3 移取10.00ml铋标准溶液(2.9.1)，置于500ml容量瓶中，用硝酸(1+9)稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含2μg铋。

3 试样

3.1 钨条应粉碎并通过120目筛网。

3.2 钨粉、钨条称样后置于瓷蒸发皿中，在300~500℃的高温炉中煅烧，慢慢升温到750℃，并经常用玻璃棒搅拌，使试样完全氧化，取出，置于干燥器中冷至室温。

4 分析步骤

4.1 测定数量