



中华人民共和国国家标准

GB/T 8220.9—1998

铋化学分析方法砷共沉淀- 示波极谱法测定碲量

Methods for chemical analysis of bismuth
—Determination of tellurium content—
Coprecipitation with arsenic-oscillopolarographic method

1998-08-19 发布

1999-03-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是对 GB 8220.9—87《铋化学分析方法 示波极谱法测定碲量》的修订,修订时将原有机萃取分离改为共沉淀分离,并保留原极谱测定方法不变。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 8220.9—87。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人:钟鸣、向德磊。

本标准 1966 年首次发布,1976 年 10 月第 1 次修订,1987 年 9 月第 2 次修订。

中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法砷共沉淀- 示波极谱法测定砷量

GB/T 8220.9—1998

Methods for chemical analysis of bismuth
—Determination of tellurium content—

代替 GB 8220.9—87

Coprecipitation with arsenic-oscillopolarographic method

1 范围

本标准规定了铋中砷量的测定方法。

本标准适用于铋中砷量的测定。测定范围：0.000 2%~0.001 5%。

2 方法提要

试料用硝酸分解，在 6 mol/L 盐酸介质中，以硫酸铜作催化剂，用砷共沉淀砷，使其与主体铋分离，于硫酸-氯化钠底液中，在示波极谱仪峰电位-0.85 V 处测量峰电流，以标准曲线法计算砷量。

3 试剂

3.1 次亚磷酸钠。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)，优级纯。

3.6 硝酸(2+1)，优级纯。

3.7 硫酸(1+1)，优级纯。

3.8 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.9 氯化钠溶液(300 g/L)，优级纯。

3.10 硫酸铜溶液($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 g/L)。

3.11 盐酸羟胺溶液(200 g/L)，用时现配。

3.12 盐酸洗液：500 mL 盐酸(1 mol/L)中加 1 g 次亚磷酸钠。

3.13 溴饱和硝酸：硝酸中加入适量的溴使其达到饱和。

3.14 甲基红乙醇溶液(0.5 g/L)。

3.15 砷溶液：称取 0.66 g 三氧化二砷于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 氢氧化钠溶液(3.8)，加热溶解，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.16 铋溶液：称取 0.5 g 金属铋($\geq 99.99\%$)置于 150 mL 烧杯中，加入 5 mL 硝酸(3.6)，加热溶解，取下，加入 3 mL 高氯酸(3.4)，蒸至冒烟，取下，冷却。用水吹洗表皿及杯壁再蒸至冒烟，取下，冷却，加入 10 mL 高氯酸(3.4)，移入 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铋。

3.17 砷标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 砷($\geq 99.99\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.6)，