

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

层, 有机相移入125ml分液漏斗中, 加入1~2 ml四氯化碳(2.10)冲洗分液漏斗活塞及漏斗颈, 洗液并入有机相中, 水相再用四氯化碳(2.10)同样萃取两次。合并有机相, 弃去水相。向有机相中加入5 ml柠檬酸铵洗液(2.14), 轻摇3~5次, 静置分层, 将有机相放入另一125ml分液漏斗中, 以1~2 ml四氯化碳(2.10)冲洗分液漏斗活塞及漏斗颈, 洗液并入有机相中, 弃去水相。向有机相中加入20ml盐酸(2.3), 振荡反萃取1.5min, 静置分层, 弃去有机相。水相移入50ml烧杯中, 以少量水冲洗分液漏斗壁, 洗液并入水相。

**3.3.1.3** 向水相中加入2 ml硝酸(2.4)、1 ml高氯酸(2.1), 于低温电炉上蒸发至刚冒白烟, 取下, 沿杯口四周滴加1 ml硝酸(2.4), 并以少量水吹洗杯口及杯壁, 继续蒸发至冒白烟, 使溶液剩余量不多于0.2ml, 取下, 加入少量水、0.20ml柠檬酸溶液(2.13)、1滴对硝基酚乙醇溶液(2.21), 用氢氧化铵(2.7和2.8)中和至溶液恰变鲜黄色, 立即加入0.40ml硝酸(2.5), 移入10ml容量瓶或比色管中, 以少量水洗净烧杯, 加入0.25ml抗坏血酸溶液(2.19), 混匀, 放置2~3 min。加入0.40ml氟化铵溶液(2.16), 混匀。加入0.50ml半二甲酚橙溶液(2.22), 用水稀释至刻度, 混匀, 放置5~10 min。移入3 cm比色皿中, 以水为参比, 于分光光度计波长536nm处测量其吸光度, 减去随同试样所做空白的吸光度, 从工作曲线上查出相应的铋量。

### 3.3.2 铸铁、生铁、硅钢

将试样(3.1)置于50ml聚四氟乙烯烧杯中, 加入4 ml水、6 ml硝酸(2.4), 加热至完全溶解, 加入3~4 ml高氯酸(2.1)、2~3 ml氢氟酸(2.9), 蒸发冒烟5~10 min, 以少量水吹洗杯壁, 继续蒸发冒烟至剩余酸液约为1ml, 加入少量水及0.3~0.5ml盐酸(2.2), 温热使盐类溶解, 用快速滤纸过滤于125ml分液漏斗中, 以硝酸(2.5)洗滤纸4~5次, 弃去滤纸, 向分液漏斗中加入10ml柠檬酸溶液(2.12), 根据试样量, 按表1中I类试样的规定量加入EDTA溶液(2.17), 滴加氢氧化铵(2.6)至溶液约为pH 7(此时, 溶液变为深红色), 然后加入2ml氟化铵溶液(2.15), 继续滴加氢氧化铵(2.6)中和至约为pH 11(用精密pH试纸检查), 用水稀释至80~90ml, 以下按3.3.1.2~3.3.1.3项进行。

### 3.4 工作曲线的绘制

取6个125ml分液漏斗, 各加约10ml水、0.5ml高氯酸(2.1), 分别加入0.00、0.20、0.40、1.00、2.00、3.00ml铋标准溶液(2.23.2), 加入2 ml柠檬酸溶液(2.12)、2.0ml EDTA溶液(2.17)、2滴溴百里酚蓝(2.20), 滴加氢氧化铵(2.6)至溶液由黄变蓝色, 加入2 ml氟化铵溶液(2.15), 继续滴加氢氧化铵(2.6)中和至约为pH 11(用精密pH试纸检查), 用水稀释至80~90ml, 以下按3.3.1.2至3.3.1.3项中测量其吸光度止, 减去试剂空白的吸光度。以铋量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

## 4 分析结果的计算

按下式计算铋的百分含量:

$$\text{Bi} (\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的铋量, g;

$m$ ——试样量, g。

## 5 允许差

实验室之间分析结果的差值, 应不大于表2所列允许差。用标准试样校验时, 所得分析结果与标准试样的标准值之差应不大于表2所列允许差的二分之一。

表 2

%

| 铋量            | 允许差     |
|---------------|---------|
| 0.0002~0.0005 | 0.00015 |
| >0.0005~0.001 | 0.0003  |
| >0.001~0.005  | 0.0006  |
| >0.005~0.010  | 0.002   |

**附加说明:**

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人毛希敬。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准 YB 35 (28) —78 《钢铁中铋量的测定》作废。