



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.32—2020

铝及铝合金化学分析方法 第 32 部分：铋含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 32: Determination of bismuth content

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 个部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 第 8 部分：锌含量的测定；
- 第 9 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 第 14 部分：镍含量的测定；
- 第 15 部分：硼含量的测定；
- 第 16 部分：镁含量的测定；
- 第 17 部分：锆含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：钴含量的测定；
- 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法；
- 第 21 部分：钙含量的测定；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铋含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 27 部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铟含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铌含量的测定。



本部分为 GB/T 20975 的第 32 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:中铝郑州有色金属研究院有限公司、广东省工业分析检测中心、有色金属技术经济研究院、东北轻合金有限责任公司、贵州省分析测试研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、山东南山铝业股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、山东兖矿轻合金有限公司、北矿检测技术有限公司、营口忠旺铝业有限公司。

本部分主要起草人:吴豫强、朱君罡、许洁瑜、熊晓燕、席欢、周兵、刘云贵、熊方祥、黄丽、李延珍、刘朝方、陈殿耿、韩正乾、卢成、张天姣、陈玉霞、帅瑞铖、姜辰、韦艳琴。



铝及铝合金化学分析方法

第 32 部分:铋含量的测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 20975 的本部分规定了碘化钾分光光度法和 Na_2EDTA 滴定法测定铝及铝合金中铋含量。

本部分适用于铝及铝合金中铋含量的仲裁测定。碘化钾分光光度法测定范围:0.010%~2.50%;
 Na_2EDTA 滴定法测定范围:≥2.50%~11.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

4 碘化钾分光光度法

4.1 方法提要

试料用氢氧化钠溶解,加入过氧化氢使硅化物分解,用硝酸酸化,在硫酸介质中, Bi(III) 与碘化钾形成黄色可溶性络合物,于分光光度计波长 465 nm 处,测量其吸光度,以此测定铋含量。

4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。

4.2.2 硫酸(1+1)。

4.2.3 硝酸(1+1)。

4.2.4 氢氧化钠溶液(400 g/L)。

4.2.5 尿素溶液(5 g/L)。

4.2.6 硫脲溶液(100 g/L):称取 10 g 硫脲溶于 100 mL 水中,必要时用快速滤纸过滤(用时配制)。

4.2.7 碘化钾溶液(200 g/L):称取 20 g 碘化钾和 2 g 抗坏血酸,溶于 100 mL 水中(用时配制)。

4.2.8 铋标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铋($w_{\text{Bi}}\geq 99.99\%$)置于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(4.2.3),盖上表皿,缓慢加热溶解完全,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中[预先加入 50 mL 硝酸

(4.2.3)],用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

4.2.9 铋标准溶液:移取 50.00 mL 铋标准贮存溶液(4.2.8)于预先加入 50 mL 硝酸(4.2.3)的 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铋。

4.3 仪器

分光光度计。

4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

称取质量(m_0)为 0.50 g 的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

4.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料(4.5.1)做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2.4),待剧烈反应停止后,加入 1 mL 过氧化氢(4.2.1)使硅化物分解,低温加热使试样溶解完全,冷却至室温,加入 50 mL 硝酸(4.2.3),加热使盐类溶解,溶液澄清,取下,滴加少许尿素溶液(4.2.5),冷却,根据试料中铋的质量分数,按表 1 移入预先加入硝酸(4.2.3)的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.2 根据试料中铋的质量分数,按表 1 移取试液(4.5.4.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 15 mL 硫酸(4.2.2),加水至体积约 50 mL,加入 10 mL 硫脲溶液(4.2.6)及 10 mL 碘化钾溶液(4.2.7),摇匀,用水稀释至刻度,混匀。

表 1

铋的质量分数 w_{Bi} %	容量瓶体积 V_1 mL	预先加入硝酸(4.2.3)体积 mL	移取试液体积 V_2 mL
0.010~0.040	100	—	全量
>0.040~0.40	100	—	25.00
>0.40~1.00	100	—	10.00
>1.00~2.50	250	25	10.00

4.5.4.3 放置 20 min,将部分溶液(4.5.4.2)移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,在分光光度计波长 465 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铋量(m_1)。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、

6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铋标准溶液(4.2.9),各加入 15 mL 硫酸(4.2.2),加水至体积约 50 mL,摇匀,加入 10 mL 硫脲溶液(4.2.6)及 10 mL 碘化钾溶液(4.2.7),摇匀,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.5.2 放置 20 min,将部分溶液移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,在分光光度计波长 465 nm 处,测量其吸光度。以铋量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

铋含量以铋质量分数 w_{Bi} 计,按式(1)计算:

$$w_{Bi} = \frac{m_1 V_1 \times 10^{-3}}{m_0 V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得试液的铋量,单位为毫克(mg);

V_1 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

铋质量分数 $\geq 1.00\%$ 时,计算结果表示到小数点后两位;铋质量分数 $< 1.00\%$ 时,计算结果保留两位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 r ,超过重复性限 r 的情况不超过 5%,重复性限 r 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_{Bi}/\%$	0.064	0.35	0.96	2.39
$r/\%$	0.002	0.02	0.04	0.08

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%,再现性限 R 按表 3 数据采用线性内插法或者外延法求得。

表 3

$w_{Bi}/\%$	0.064	0.35	0.96	2.39
$R/\%$	0.003	0.03	0.05	0.09

5 Na_2EDTA 滴定法

5.1 方法提要

试料用盐酸、硝酸分解,高氯酸冒烟除去硝酸,用酒石酸钾钠、抗坏血酸、硫脲掩蔽少量的铁、铜、钛

等元素,用乙酸钠饱和溶液调节 pH 值为 1.5,以二甲酚橙为指示剂,用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定,以此测定铋含量。

5.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室三级水。

5.2.1 抗坏血酸。

5.2.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

5.2.3 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

5.2.4 高氯酸($\rho=1.76\text{ g/mL}$)。

5.2.5 硝酸(5+95)。

5.2.6 硫脲饱和溶液。

5.2.7 酒石酸钾钠溶液(200 g/L)。

5.2.8 乙酸钠溶液(200 g/L)。

5.2.9 铋标准溶液($\rho_0=1\text{ mg/mL}$):称取 1.000 0 g 金属铋($w_{\text{Bi}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(1+1),加热溶解。煮沸除氮的氧化物后,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

5.2.10 Na_2EDTA 标准滴定溶液($c\approx 0.002\ 5\text{ mol/L}$)。

——配制:称取 0.93 g 乙二胺四乙酸二钠于 300 mL 烧杯中,加水微热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 3 天后标定。

——标定:移取体积(V)为 10.00 mL 铋标准溶液(5.2.9)于 250 mL 烧杯中,用水稀释至 100 mL,加入 3 mL 硫脲饱和溶液(5.2.6)、5 mL 酒石酸钾钠溶液(5.2.7),用乙酸钠溶液(5.2.8)调节 pH 值为 1.2~1.5,加 0.2 g 抗坏血酸(5.2.1),加 3 滴~4 滴二甲酚橙溶液(5.2.11),用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈亮黄色,即为终点,记录消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积(V_3)。随同做空白试验,记录消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积(V_0)。

——计算:按照式(2)计算 Na_2EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{\rho_0 V}{(V_3 - V_0) \times 208.98} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_0 ——铋标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——移取铋标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定铋标准溶液所消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

208.98——铋的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.2.11 二甲酚橙溶液(5 g/L)。

5.3 试样

将样品加工成不大于 1 mm 的碎屑。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

称取质量(m_2)为 0.50 g 的试样(5.3),精确到 0.000 1 g。

5.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.4.3 空白试验

随同试料(5.4.1)做空白试验,记录消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积(V₄)。

5.4.4 测定

5.4.4.1 将试料(5.4.1)置于 250 mL 烧杯中,加少量水润湿,加 10 mL 盐酸(5.2.2),低温加热片刻,加 10 mL 硝酸(5.2.3),加热至试样溶解,加入 3 mL 高氯酸(5.2.4),继续加热蒸发至冒浓白烟。取下稍冷,加 10 mL 硝酸(5.2.3),用少许硝酸(5.2.5)冲洗表皿与杯壁,加热煮沸使可溶盐类溶解,冷却至室温,用硝酸(5.2.5)将溶液移入 100 mL 容量瓶中(V₅),并用硝酸(5.2.5)稀释至刻度,混匀。

5.4.4.2 移取 25.00 mL 试液(V₆)于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至 100 mL,加入 3 mL 硫脲饱和溶液(5.2.6)、5 mL 酒石酸钾钠溶液(5.2.7),用乙酸钠溶液(5.2.8)调节 pH 至 1.5,加 0.2 g 抗坏血酸(5.2.1),加 3 滴二甲酚橙溶液(5.2.11),用 Na₂EDTA 标准滴定溶液(5.2.10)滴定至溶液呈亮黄色,即为终点,记录消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积(V₇)。

5.5 试验数据处理

铋含量以铋的质量分数 w_{Bi} 计,按公式(3)计算:

$$w_{Bi} = \frac{c(V_7 - V_4)V_5 \times 208.98 \times 10^{-3}}{m_2 V_6} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- c ——Na₂EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_7 ——试料溶液消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_4 ——空白试验溶液消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_5 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- 208.98——铋的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- m_2 ——试料的质量,单位为克(g);
- V_6 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.6 精密度

5.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 r ,超过重复性限 r 的情况不超过 5%。重复性限 r 按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

$w_{Bi}/\%$	3.40	4.62	9.57
$r/\%$	0.22	0.28	0.37

5.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%。再现性限 R 按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

$w_B/\%$	3.40	4.62	9.57
$R/\%$	0.26	0.32	0.42

6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本部分编号、名称及所使用的方法。
- b) 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息;
- c) 以适当的形式表达试验结果;
- d) 试验过程中出现的异常现象;
- e) 审核、批准等人员的签名。

