



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 536.8—2009
代替 YS/T 536.8—2006

铋化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法

Methods for chemical analysis of bismuth—
Determination of chlorine content—
Mercuric thiocyanate photometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 536—2009《铋化学分析方法》分为 13 个部分：

- YS/T 536.1 铋化学分析方法 铜量的测定 双乙醛草酰二脒分光光度法；
- YS/T 536.2 铋化学分析方法 铁量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.3 铋化学分析方法 铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- YS/T 536.4 铋化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法和电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.5 铋化学分析方法 锌量的测定 固液萃取分离-火焰原子吸收光谱法；
- YS/T 536.6 铋化学分析方法 铅量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.7 铋化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.8 铋化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法；
- YS/T 536.9 铋化学分析方法 碲量的测定 砷共沉淀-示波极谱法；
- YS/T 536.10 铋化学分析方法 锡量的测定 铍共沉淀-分光光度法；
- YS/T 536.11 铋化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.12 铋化学分析方法 镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.13 铋化学分析方法 镉量的测定 电热原子吸收光谱法。

本部分为第 8 部分。

本部分代替 YS/T 536.8—2006(原 GB/T 8220.8—1998)《铋化学分析方法 硫氰酸汞分光光度法测定氯量》。与 YS/T 536.8—2006 相比,本部分主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由株洲冶炼集团股份有限公司负责起草。

本部分由株洲冶炼集团股份有限公司起草。

本部分由北京有色金属研究总院、湖南柿竹园有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人：向德磊、姜晴。

本部分主要验证人：臧慕文、廖国宝。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 536.8—2006。

铋化学分析方法 氯量的测定

硫氰酸汞分光光度法

1 范围

本部分规定了铋中氯量的测定。

本部分适用于铋中氯量的测定。测定范围(质量分数):0.001%~0.006%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,在硝酸介质中,在温度 250 °C ± 20 °C 时进行蒸馏,逸出物吸收于氢氧化钠溶液中。加入硫氰酸汞及高氯酸铁,所形成的氯化物与硫氰酸汞反应,游离出硫氰酸根与铁(Ⅲ)显色。于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

试剂配制及测定过程均加入用少量氢氧化钠蒸馏的一级水。

3.1 市售试剂

3.1.1 还原铁粉。

3.1.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),超纯。

3.1.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL),优级纯。

3.1.4 氮气,高纯。

3.2 溶液

3.2.1 硫氰酸汞-甲醇溶液(5 g/L):称取 0.5 g 硫氰酸汞于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 甲醇,溶解完全后,移入棕色瓶中保存。

3.2.2 高氯酸铁溶液:称取 7 g 还原铁粉于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 硝酸(2+1,超纯),加热溶解。加入 60 mL 高氯酸(3.1.3),加热至高氯酸冒烟并继续加热至溶液呈红棕色,冷却。用水稀释至 500 mL,混匀。

3.2.3 氢氧化钠溶液(0.2 mol/L),优级纯。

3.3 标准溶液

3.3.1 氯标准贮存溶液:称取经 500 °C 灼烧 30 min,并置于干燥器中冷却至室温的 0.210 2 g 氯化钾(优级纯),置于 250 mL 烧杯中,以适量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氯。

3.3.2 氯标准溶液:移取 50.00 mL 氯标准贮存溶液(3.3.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 氯。

4 仪器及装置

4.1 分光光度计。

4.2 氯蒸馏装置(见图 1)。

4.3 控温电炉。