

ICS 77.120.99  
H 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.10—2000

---

## 锡化学分析方法 硫量的测定

Methods for chemical analysis of tin—  
Determination of sulphur content

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

---

国家质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准是对 GB/T 3260.10—1988《锡化学分析方法 蒸馏-示波极谱法测定硫》的重新确认,并做编辑性修改。

本标准遵守:

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

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 17433—1998 冶金产品化学分析方法基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 3260.10—1988。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由云南锡业公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人:林中鹏、金静如、虞淑蓉、周显康。

# 中华人民共和国国家标准

## 锡化学分析方法 硫量的测定

GB/T 3260.10—2000

Methods for chemical analysis of tin—  
Determination of sulphur content

代替 GB/T 3260.10—1988

### 1 范围

本标准规定了锡中硫含量的测定方法。

本标准适用于锡中硫含量的测定。测定范围:0.000 10%~0.020%。

### 2 方法提要

用氢碘酸-盐酸-次磷酸为还原剂兼作锡的溶剂,在蒸馏瓶中加热溶解试样,使硫呈硫化氢通过氮气载出,吸收于0.5 mol/L氢氧化钠溶液中,在示波极谱仪上,于-0.6~1.1 V进行扫描,记录峰值。

试料中共存有10 mg铅,6 mg铈,1 mg砷、铋、铁、铜均不干扰测定。

### 3 试剂

本方法所用水均为亚沸蒸馏或去离子水。

3.1 氮气:含氮>99.7%。

3.2 铜溶液:称取2.66 g氯化铜( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )于100 mL盐酸(1+1,优级纯)中,混匀。此溶液1 mL含100 mg铜。

3.3 铂溶液:称取26.83 g氯铂酸( $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于100 mL盐酸(1+1,优级纯)中,混匀。此溶液1 mL含10 mg铂。

#### 3.4 还原剂

3.4.1 取300 mL氢碘酸( $\rho$ 1.50 g/mL,优级纯)、200 mL盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL,优级纯)、150 mL次磷酸(50%,优级纯)及50 mL水,置于1 000 mL回流蒸馏瓶中,加热回流蒸馏提纯7~8 h,直至检验无硫为止。使用前按每100 mL还原剂中加入0.5 mL铜溶液(3.2)及0.5 mL铂溶液(3.3),回流蒸馏至检验无硫。

3.4.2 取400 mL氢碘酸( $\rho$ 1.5 g/mL,优级纯)、200 mL盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL,优级纯)及100 g次磷酸钠,于1 000 mL回流蒸馏瓶中,混匀,加入铜溶液(3.2)及铂溶液(3.3),提纯方法与3.4.1条同。

3.5 吸收液: $c(\text{NaOH})=0.5$  mol/L氢氧化钠(优级纯)溶液。贮存于聚乙烯瓶中。

3.6 聚乙烯醇溶液(0.5%)。

3.7 高锰酸钾氯化汞混合溶液:称取3 g高锰酸钾溶于75 mL饱和二氯化汞和75 mL水的混合溶液后,移入洗气瓶中。

3.8 氯化钡溶液(5%):称取7.5 g氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于150 mL水后,移入洗气瓶中。

3.9 硫标准贮存溶液:称取预先在120℃烘干的4.437 5 g无水硫酸钠(优级纯)溶于少量水后,移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg硫。

3.10 硫标准溶液:移取20.00 mL硫标准贮存液于1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶