

ICS 77.120.99  
H 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.3—2000

---

## 锡化学分析方法 铋量的测定

Methods for chemical analysis of tin—  
Determination of bismuth 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 3260.3—1982《锡化学分析方法 碘化钾光度法测定铋》的重新确认;对其中的试料称取量和试液分取做了明确规定。

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 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析方法基础术语

本标准中附录 A 是标准的附录,附录 B 是提示的附录。

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 3260.3—1982。

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。

本标准由广州冶炼厂、云南锡业公司研究设计院起草。

本标准主要起草人:方修瑞、刘叔汉、邓建光、苏爱萍、林庆权。

# 中华人民共和国国家标准

## 锡化学分析方法 铋量的测定

GB/T 3260.3—2000

Methods for chemical analysis of tin—  
Determination of bismuth content

代替 GB/T 3260.3—1982

### 1 范围

本标准规定了锡中铋含量的测定方法。

本标准适用于锡中铋含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.080%。

### 2 方法提要

试料用王水分解,在硫酸存在下,用盐酸-氢溴酸排除锡、锑等,然后在盐酸介质中,铋与碘化钾形成黄色络合物,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。

在显色溶液中含有 2.5 mg 铅、0.3 mg 镍,少于 20 mg 锡(IV),0.5 mg 铁、铜、砷,0.04 mg 铝、锌、铟、锑以及柠檬酸根、硫酸根、氯根不干扰测定。

### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 氢溴酸( $\rho$ 1.49 g/mL)。

3.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.4 硝酸(1+2)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 王水:1 体积硝酸(3.3)和 3 体积盐酸(3.1)混合。

3.8 盐酸-氢溴酸:用等体积盐酸(3.1)和氢溴酸(3.6)混合配制。

3.9 柠檬酸溶液(500 g/L)。

3.10 碘化钾溶液(200 g/L)。

3.11 硫脲溶液(100 g/L)。

3.12 氯化钠溶液(200 g/L):用盐酸(3.6)配制。

3.13 铋标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铋( $\geq 99.99\%$ ),置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.4),加热溶解完全后,加 20 mL 硫酸(3.5),加热蒸发至冒白烟,冷却,以少许水吹洗杯壁,再蒸发至冒白烟,冷却,以盐酸(3.6)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 铋。

3.14 铋标准溶液:移取 100.00 mL 铋标准贮存溶液置于 500 mL 容量瓶中,以盐酸(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu$ g 铋。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试料