



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.3—2013
代替 GB/T 3260.3—2000

GB/T 3260.3—2013

锡化学分析方法 第3部分：铋量的测定 碘化钾分光光度法和 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin—
Part 3: Determination of bismuth content—

KI photometric method and flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
锡化学分析方法
第3部分：铋量的测定
碘化钾分光光度法和
火焰原子吸收光谱法
GB/T 3260.3—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2014年5月第一版 2014年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48905 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 3260.3—2013

2013-12-17 发布

2014-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察的异常现象；
- 试验日期。

前 言

GB/T 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分方法 1 为仲裁方法。

本部分是对 GB/T 3260.3—2000《锡化学分析方法 铋量的测定》的修订，本标准与 GB/T 3260.3—2000 相比，主要有如下变动：

- 碘化钾分光光度法的测定范围由 0.001 0%~0.080% 扩大为 0.000 50%~0.20%；
- 火焰原子吸收光谱法的测定上限由 0.020% 扩大到 0.20%；
- 火焰原子吸收光谱法中，在样品前处理及工作曲线的绘制中取消了加入氯化钠的规定；
- 对文本格式进行了修改；
- 增加了重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分方法 1 负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分方法 1 参加起草单位：大冶有色金属股份有限公司、昆明冶金研究院、广州有色金属研究院、深圳市格林美高新技术股份有限公司。

本部分方法 1 主要起草人：黄劲松、张红玲、陈小芳、张修华、冯媛、胡军凯、刘维理、李蓉、杨赟金、戴凤英、刘天平、马琳、石如祥、王骏峰、陈树莲、阮心福、王健健。

本部分方法 2 负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分方法 2 参加起草单位：广州有色金属研究院、大冶有色金属股份有限公司、深圳市格林美高新技术股份有限公司。

本部分方法 2 主要起草人：王骏峰、苏爱萍、韦珍艳、黄小美、魏文、李玉琴、戴凤英、刘天平、马琳、石如祥、陈树莲、海兰、杜彩云、朱丽。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3260.3—1982；
- GB/T 3260.3—2000。

(1+1),加热分解完全,取下,冷却至室温,以水移入 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(2.2.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.2.2 铋标准溶液:移取 50.00 mL 铋标准贮存溶液(3.2.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(2.2.2),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铋。

3.3 仪器

原子吸收光谱仪,附铋空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铋的特征浓度应不大于 0.14 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将标准曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.70。

3.4 分析步骤

3.4.1 试料

按表 4 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 4 试料量、测定体积、补加混合酸体积

铋的质量分数/%	试样量/g	测定体积/mL	补加混合酸(2.2.5)体积/mL
0.000 30~0.005 0	3.5	10	—
>0.005 0~0.025 0	1.0	25	1.0
>0.025 0~0.100	0.5	50	2.5
>0.100~0.200	0.2	100	5.0

3.4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

3.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.4.4 测定

3.4.4.1 将试料(3.4.1)置于 300 mL 烧杯中,加入约 5 mL 水,加入 15 mL 盐酸(2.2.1)、5 mL 硝酸(2.2.2)、2 mL 硫酸(2.2.7),低温加热至试样溶解完全,加热蒸发至冒硫酸烟,取下,稍冷。

3.4.4.2 沿杯壁加入 5 mL 盐酸-氢溴酸混合酸(2.2.6),加热至冒硫酸烟,取下,稍冷。重复此步骤 2~3 次。排尽锡后,冒尽硫酸烟[蒸干时无明显盐类,否则,加入 2 mL 硫酸(2.2.7),重复此步骤],取下,冷却。

3.4.4.3 沿杯壁加入 2 mL 盐酸-硝酸混合酸(2.2.5),用少量水吹洗杯壁,低温加热溶解盐类。取下,冷却至室温。按表 4 移入容量瓶中,补加盐酸-硝酸混合酸(2.2.5),用水稀释至刻度,混匀。

3.4.4.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.06 nm 处,与系列标准溶液同时,以水调零,测量空白试液和试料溶液的吸光度。从工作曲线上查出相应的铋的浓度。

锡化学分析方法 第 3 部分:铋量的测定 碘化钾分光光度法和 火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 3260 的本部分规定了锡中铋量的碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定方法。

本部分适用于锡中铋量的测定。方法 1 测定范围为 0.000 50%~0.200%;方法 2 测定范围为 0.000 30%~0.200%。

2 方法 1 碘化钾分光光度法

2.1 方法提要

试料经盐酸、硝酸溶解完全,在硫酸介质中,以盐酸-氢溴酸排除大量锡,在盐酸介质中,铋与碘化钾形成黄色配合物,于分光光度计波长 460 nm 处测量铋的吸光度。

2.2 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 盐酸(ρ 1.19g/mL)。

2.2.2 硝酸(ρ 1.42g/mL)。

2.2.3 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

2.2.4 氢溴酸:优级纯或对分析纯试剂进行亚沸蒸馏后使用,浓度不低于 8.5 mol/L。

2.2.5 盐酸-硝酸混合酸:盐酸+硝酸(3+1),现用现配。

2.2.6 盐酸-氢溴酸:盐酸+氢溴酸(1+1)。

2.2.7 硫酸(1+1)。

2.2.8 盐酸(1+9)。

2.2.9 柠檬酸溶液(500 g/L)。

2.2.10 碘化钾溶液(200 g/L)。

2.2.11 硫脲溶液(100 g/L)。

2.2.12 铋标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铋($w_{\text{Bi}} \geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+2),低温加热溶解完全后,加入 20 mL 硫酸(2.2.7),加热蒸发至冒白烟,取下,冷却至室温,以少许水吹洗杯壁,再蒸发至冒白烟,冷却。加入 20 mL 盐酸(2.2.8),低温加热溶解盐类,冷却。以盐酸(2.2.8)移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 铋。

2.2.13 铋标准溶液:移取 20.00 mL 铋标准贮存溶液(2.2.12)于 500 mL 容量瓶中,以盐酸(2.2.8)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 铋。