



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.5—2000

铅及铅合金化学分析方法 铋量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys
—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 4103.7—1983《铅基合金化学分析方法 碘化钾光度法测定铋量》、GB/T 4103.8—1983《铅基合金化学分析方法 硫脲光度法测定铋量》、GB/T 472.3—1984《铅锭化学分析方法 碘化钾-马钱子碱分光光度法测定铋量》的修订。

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的规定

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 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准自生效之日起，代替 GB/T 4103.7—1983、GB/T 4103.8—1983、GB/T 472.3—1984。

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。

本标准由沈阳冶炼厂、白银有色金属公司西北铜加工厂负责起草。

本标准由白银有色金属公司西北铜加工厂起草。

本标准主要起草人：吉春芳。

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法

GB/T 4103.5—2000

铋量的测定

代替 GB/T 4103.7—1983
GB/T 4103.8—1983
GB/T 472.3—1984

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys
—Determination of bismuth content

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中铋含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中铋含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.10%。

2 方法提要

试料用硝酸或硝酸-酒石酸溶解,根据铋的含量用二氧化锰共沉淀富集铋并分离铅,或在试料溶解后加盐酸使铅生成氯化铅沉淀而除去大部分铅。硒、碲干扰测定,在盐酸介质中用氯化亚锡将其还原成单体过滤除去。用六偏磷酸钠、硫脲、氟化钾分别掩蔽残存铅、铜及银,以及锡和锑。在盐酸介质中,以碘化钾为显色剂,于分光光度计波长 450 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

- 3.1 酒石酸。
- 3.2 过氧化氢($\rho 1.10 \text{ g/mL}$)。
- 3.3 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。
- 3.4 盐酸(1+1)。
- 3.5 盐酸(1+5)。
- 3.6 盐酸(1+9)。
- 3.7 硝酸(1+4)。
- 3.8 硝酸锰溶液:1 体积硝酸锰溶液(500 g/L)与 4 体积水混匀。
- 3.9 高锰酸钾溶液(10 g/L)。
- 3.10 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 10.0 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),用 50 mL 盐酸(3.4)微热溶解,冷却,用盐酸(3.4)稀释至 100 mL。用时现配。
- 3.11 六偏磷酸钠溶液(200 g/L)。
- 3.12 碘化钾溶液(250 g/L)。
- 3.13 硫脲溶液(100 g/L)。
- 3.14 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液(200 g/L)。
- 3.15 碲溶液(5 mg/mL):称取 0.500 g 纯碲,置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 3.16 铋标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铋,置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),盖上表皿,加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 90 mL 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$),用水