



中国国家标准汇编

26

GB 3258~3330

中国标准出版社

1987

中国国家标准汇编

26

GB 3258~3330

中国标准出版社 编

*

中国标准出版社出版

(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 54 $\frac{3}{4}$ 字数 1 500 000

1988 年 1 月第一版 1988 年 1 月第一次印刷

印数 1—	11 700〔精〕	定价	24.20 元〔精〕
	4 300〔平〕		20.20 元〔平〕

*

ISBN 7-5066-0066-8/TB · 020〔精〕

ISBN 7-5066-0067-6/TB · 021〔平〕

*

标 目	80—1〔精〕
	80—2〔平〕

出 版 说 明

一九八一年，我社曾经出版了当时公开发行的 GB 1605 号以前的国家标准汇编。近年来，随着我国标准化工作的深入开展，国家标准的数量不断增加，内容不断更新。为适应标准化工作的发展，满足各级标准化管理机构及工矿企业、科研、设计、教学等部门的需要，我社决定出版《中国国家标准汇编》。

《中国国家标准汇编》收集公开发行的全部现行国家标准，以国家标准顺序号作为编排依据，凡顺序号短缺处，除特殊注明外，均为作废标准号或空号。

本汇编从一九八三年起，分若干分册陆续出版。本分册为第 26 分册，收编了一九八四年二月二十四日以前批准发布的国家标准 180 个 (GB 3258~3330)。由于标准经常修订，请读者在使用中，注意随时更换修订过的标准。

中国标准出版社总编室

一九八七年八月

目 录

GB 3258.1—82	铋精矿化学分析方法	EDTA 容量法测定铋	(1)
GB 3258.2—82	铋精矿化学分析方法	EDTA 容量法测定铅	(3)
GB 3258.3—82	铋精矿化学分析方法	钼蓝光度法测定二氧化硅	(6)
GB 3258.4—82	铋精矿化学分析方法	硫氰酸盐光度法测定三氧化钨	(9)
GB 3258.5—82	铋精矿化学分析方法	硫氰酸盐光度法测定钼	(12)
GB 3258.6—82	铋精矿化学分析方法	EDTA 容量法测定铁	(14)
GB 3258.7—82	铋精矿化学分析方法	硫酸钡重量法测定硫	(17)
GB 3258.8—82	铋精矿化学分析方法	碘量法测定砷	(19)
GB 3258.9—82	铋精矿化学分析方法	碘量法测定铜	(22)
GB 3258.10—82	铋精矿化学分析方法	铬天青 S 光度法测定氧化铝	(24)
GB 3258.11—82	铋精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定银	(27)
GB 3258.12—82	铋精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅、铜	(31)
GB 3259—82	中文书刊名称汉语拼音拼写法		(35)
GB 3260.1—82	锡化学分析方法	新铜试剂光度法测定铜	(37)
GB 3260.2—82	锡化学分析方法	邻菲罗啉光度法测定铁	(40)
GB 3260.3—82	锡化学分析方法	碘化钾光度法测定铋	(43)
GB 3260.4—82	锡化学分析方法	示波极谱法测定铅	(46)
GB 3260.5—82	锡化学分析方法	孔雀绿光度法测定锑	(49)
GB 3260.6—82	锡化学分析方法	亚铁邻菲罗啉间接光度法测定砷	(52)
GB 3260.7—82	锡化学分析方法	铬天青 S 光度法测定铝	(55)
GB 3260.8—82	锡化学分析方法	PAN 光度法测定锌	(58)
GB 3260.9—82	锡化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅、铜、锌	(61)
GB 3261—82	信息处理用办公机器和打印机使用的编织打印色带的宽度		(67)
GB 3262—82	食品添加剂 叶绿素铜钠盐		(69)
GB 3263—82	食品添加剂 没食子酸丙酯		(75)
GB 3264—82	平版胶印机		(79)
GB 3265—82	内扣式消防接口 型式和基本参数		(82)
GB 3266—82	内扣式消防接口 通用技术条件		(89)
GB 3267—82	会议电话汇接机技术要求及测试方法		(91)
GB 3268—82	会议电话分机技术要求及测试方法		(100)
GB 3269—82	内燃机正时齿轮技术条件		(105)
GB 3270—82	往复式内燃机——内燃机方位		(108)
GB 3271—82	内燃机连杆螺栓技术条件		(110)
GB 3272—82	内燃机连杆螺母技术条件		(113)
GB 3273—82	汽车大梁用钢板		(115)
GB 3274—82	普通碳素结构钢和低合金结构钢热轧厚钢板技术条件		(119)
GB 3275—82	汽车制造用优质碳素结构钢热轧厚钢板		(121)
GB 3276—82	200 升油桶用热轧碳素结构钢薄钢板		(125)

GB 3277—82	花纹钢板	(129)
GB 3278—82	碳素工具钢热轧钢板技术条件	(132)
GB 3279—82	弹簧钢热轧薄钢板技术条件	(135)
GB 3280—84	不锈钢冷轧钢板	(139)
GB 3281—82	不锈钢耐酸及耐热钢厚钢板技术条件	(168)
GB 3282—82	钛铁	(173)
GB 3283—82	五氧化二钒	(177)
GB 3284—82	石英玻璃化学成分分析方法	(181)
GB 3285.1—82	氧化钼块化学分析方法 重量法测定湿存水	(189)
GB 3285.2—82	氧化钼块化学分析方法 钼酸铅重量法测定钼	(191)
GB 3285.3—82	氧化钼块化学分析方法 硫酸钡重量法测定硫	(194)
GB 3285.4—82	氧化钼块化学分析方法 燃烧-碘酸钾容量法测定硫	(196)
GB 3285.5—82	氧化钼块化学分析方法 库仑法测定碳	(199)
GB 3285.6—82	氧化钼块化学分析方法 正丁醇-三氯甲烷萃取光度法测定磷	(202)
GB 3285.7—82	氧化钼块化学分析方法 苯基荧光酮光度法测定锡	(205)
GB 3285.8—82	氧化钼块化学分析方法 新铜试剂光度法测定铜	(208)
GB 3285.9—82	氧化钼块化学分析方法 孔雀绿光度法测定锑	(211)
GB 3286.1—82	石灰石、白云石化学分析方法 EGTA-CyDTA 容量法测定氧化钙和氧化镁	(214)
GB 3286.2—82	石灰石、白云石化学分析方法 铬黑 T 光度法测定氧化镁	(218)
GB 3286.3—82	石灰石、白云石化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定二氧化硅	(221)
GB 3286.4—82	石灰石、白云石化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅	(223)
GB 3286.5—82	石灰石、白云石化学分析方法 EDTA 容量法测定氧化铝	(227)
GB 3286.6—82	石灰石、白云石化学分析方法 铬天青 S 光度法测定氧化铝	(230)
GB 3286.7—82	石灰石、白云石化学分析方法 高碘酸盐氧化光度法测定锰	(233)
GB 3286.8—82	石灰石、白云石化学分析方法 钼蓝光度法测定磷	(236)
GB 3286.9—82	石灰石、白云石化学分析方法 烧碱石棉吸收重量法测定二氧化碳	(239)
GB 3286.10—82	石灰石、白云石化学分析方法 灼烧减量的测定	(245)
GB 3286.11—82	石灰石、白云石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镁、铁	(247)
GB 3286.12—82	石灰石、白云石化学分析方法 三氧化钛-重铬酸钾容量法测定铁	(252)
GB 3286.13—84	石灰石、白云石化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量	(255)
GB 3286.14—84	石灰石、白云石化学分析方法 硫酸钡重量法测定硫量	(258)
GB 3286.15—84	石灰石、白云石化学分析方法 次甲基蓝光度法测定硫量	(264)
GB 3287—82	可锻铸铁管路连接件技术条件	(269)
GB 3288—82	可锻铸铁管路连接件验收规则	(273)
GB 3289.1—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 管件结构尺寸表	(279)
GB 3289.2—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 弯头 内外丝弯头	(282)
GB 3289.3—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 45°弯头 45°内外丝弯头	(283)
GB 3289.4—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 异径弯头	(285)
GB 3289.5—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 异径内外丝弯头	(288)
GB 3289.6—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 侧孔弯头	(291)
GB 3289.7—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 月弯 内外丝月弯 外丝月弯	(292)
GB 3289.8—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 45°月弯 45°内外丝月弯 45°外丝月弯	(294)
GB 3289.9—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸 U 型弯头	(296)

GB 3289.10—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	三通 内外丝三通	(297)
GB 3289.11—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	异径内外丝三通	(299)
GB 3289.12—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	中大异径三通	(302)
GB 3289.13—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	侧大异径三通	(305)
GB 3289.14—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	中小异径三通	(308)
GB 3289.15—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	侧小异径三通	(311)
GB 3289.16—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	中小偏心异径三通	(314)
GB 3289.17—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	45°三通 Y型三通	(316)
GB 3289.18—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	Y型异径三通	(317)
GB 3289.19—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	侧孔三通	(320)
GB 3289.20—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	四通	(321)
GB 3289.21—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	异径四通	(323)
GB 3289.22—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	外接头 内外丝接头	(326)
GB 3289.23—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	无方内接头	(327)
GB 3289.24—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	异径外接头	(328)
GB 3289.25—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	偏心异径外接头	(331)
GB 3289.26—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	内接头	(334)
GB 3289.27—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	异径内接头	(336)
GB 3289.28—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	内外螺丝	(339)
GB 3289.29—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	通丝外接头	(342)
GB 3289.30—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	锁紧螺母	(343)
GB 3289.31—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	外方管堵	(345)
GB 3289.32—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	带边外方管堵	(346)
GB 3289.33—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	内方管堵	(347)
GB 3289.34—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	管帽	(348)
GB 3289.35—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	活接弯头 内外丝活接弯头	(349)
GB 3289.36—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	活接三通	(350)
GB 3289.37—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	平形活接头	(351)
GB 3289.38—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	锥形活接头	(353)
GB 3289.39—82	可锻铸铁管路连接件型式尺寸	平形活接头垫圈	(355)
GB 3290—82	信息交换用磁带盘的尺寸和性能		(365)
GB 3291—82	纺织名词术语(纺织材料、纺织产品通用部分)		(371)
GB 3292—82	电子均匀度仪测定纱条短片段不匀率方法		(420)
GB 3293—82	中国鞋号及鞋楦系列		(431)
GB 3294—82	鞋楦尺寸检测方法		(513)
GB 3295—82	日用陶瓷器光泽度测定方法		(519)
GB 3296—82	日用瓷器透光度的测定方法		(520)
GB 3297—82	日用陶瓷器釉面维氏硬度测定方法		(522)
GB 3298—82	日用陶瓷器热稳定性测定方法		(524)
GB 3299—82	日用陶瓷器吸水率测定方法		(525)
GB 3300—82	日用陶瓷器变形检验方法		(527)
GB 3301—82	日用陶瓷器的容积、口径误差、高度误差、重量误差、缺陷尺寸的测定方法		(529)
GB 3302—82	日用陶瓷器验收、包装、标志、运输、储存规则		(531)

GB 3303—82	日用陶瓷器缺陷术语	(533)
GB 3304—82	中国各民族名称的罗马字母拼写法和代码	(537)
GB 3305—82	旋转钻井设备 水龙带(钻探胶管)	(543)
GB 3306.1—82	小功率电子管电性能测试方法 测试设备及电气测试总则	(547)
GB 3306.2—82	小功率电子管电性能测试方法 阳极电流和对阴极具有正电位的栅极电流的 测试方法	(552)
GB 3306.3—82	小功率电子管电性能测试方法 对阴极具有负电位的栅极电流的测试方法	(556)
GB 3306.4—82	小功率电子管电性能测试方法 阴极电流的测试方法	(559)
GB 3306.5—82	小功率电子管电性能测试方法 阴极发射电流的测试方法	(560)
GB 3306.6—82	小功率电子管电性能测试方法 整流状态的测试方法	(564)
GB 3306.7—82	小功率电子管电性能测试方法 跨导的测试方法	(569)
GB 3306.8—82	小功率电子管电性能测试方法 放大系数的测试方法	(578)
GB 3306.9—82	小功率电子管电性能测试方法 内阻的测试方法	(584)
GB 3306.10—82	小功率电子管电性能测试方法 输入电阻的测试方法	(590)
GB 3306.11—82	小功率电子管电性能测试方法 等效噪声电阻的测试方法	(593)
GB 3306.12—82	小功率电子管电性能测试方法 低频放大状态下的输出功率和非线性失真 的测试方法	(597)
GB 3306.13—82	小功率电子管电性能测试方法 栅极截止电压和栅极电流截止电压的测试 方法	(604)
GB 3306.14—82	小功率电子管电性能测试方法 低频动态放大倍数和非对称性放大的测试 方法	(607)
GB 3306.15—82	小功率电子管电性能测试方法 变频跨导和在变频状态下各个电极电流的 测试方法	(612)
GB 3306.16—82	小功率电子管电性能测试方法 静态极间电容的测试方法	(617)
GB 3306.17—82	小功率电子管电性能测试方法 电极间以及电极与其他零件间绝缘电阻的 测试方法	(624)
GB 3306.18—82	小功率电子管电性能测试方法 阴极加热时间的测试方法	(627)
GB 3306.19—82	小功率电子管电性能测试方法 最大阳极耗散功率的测试方法	(630)
GB 3306.20—82	小功率电子管电性能测试方法 短路和断路的测试方法	(632)
GB 3306.21—82	小功率电子管电性能测试方法 冲击激励微音效应的测试方法	(641)
GB 3306.22—82	小功率电子管电性能测试方法 低频杂音的测试方法	(644)
GB 3306.23—82	小功率电子管电性能测试方法 高频杂音的测试方法	(646)
GB 3306.24—82	小功率电子管电性能测试方法 哼声的测试方法	(649)
GB 3307—82	小功率电子管灯丝断续试验方法	(651)
GB 3308—82	GF型叶轮给粉机	(654)
GB 3309—82	高压开关设备常温下的机械试验	(657)
GB 3310—82	铜合金棒材超声波探伤方法	(665)
GB 3311—82	钨钼合金中钼的测定——氧化还原容量法	(668)
GB 3312—82	钨钼合金中二氧化钼的测定——重量法	(670)
GB 3313—82	钨钼合金中钼的测定——丁二酮肟比色法	(672)
GB 3314—82	内燃机车通用技术条件	(674)
GB 3315—82	内燃机车组装后的检查与试验规则	(679)
GB 3316—82	内燃机车功率确定方法	(691)

GB 3317—82	电力机车通用技术条件	(693)
GB 3318—82	电力机车组装后的检查与试验规则	(698)
GB 3319—82	电力机车功率确定方法	(707)
GB 3320.2—82	循迹能力、声道分隔度测试唱片	(709)
GB 3320.3—82	抖晃度测试唱片	(712)
GB 3320.4—82	转盘噪声测试唱片	(715)
GB 3321—82	船舶交流电力系统的短路计算	(719)
GB 3322.1—82	煤矿矿车基本参数及尺寸——固定车箱式	(775)
GB 3322.2—82	煤矿矿车基本参数及尺寸——底卸式	(777)
GB 3322.3—82	煤矿矿车基本参数及尺寸——材料车	(779)
GB 3322.4—82	煤矿矿车基本参数及尺寸——平板车	(781)
GB 3323—82	钢焊缝射线照相及底片等级分类法	(783)
GB 3324—82	木家具	(793)
GB 3325—82	金属家具	(799)
GB 3326—82	桌、椅、凳类主要尺寸	(805)
GB 3327—82	柜类主要尺寸	(818)
GB 3328—82	床类主要尺寸	(824)
GB 3329—82	家具用木制零件断面尺寸	(827)
GB 3330—82	家具工业常用名词术语	(829)

中华人民共和国国家标准

铋精矿化学分析方法 EDTA 容量法测定铋

UDC 553.498
: 543.24
: 546.89
GB 3258.1—82

Chemical analysis of bismuth concentrate
The EDTA volumetric method for determination of bismuth

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准适用于铋精矿中 10% 以上含铋量的测定。

1 方法提要

试样以盐酸、硝酸分解，高氯酸冒烟，在 pH 1.5~1.7 的稀酸溶液中，以二甲酚橙为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定，借此测得铋的含量。

在被滴定溶液中，铅、锌、镉、一价铜、二价锰、砷、少量钴、镍、铝以及碱金属、碱土金属等元素不干扰测定。钨在酸溶试样时生成钨酸沉淀，不干扰滴定。二价铜的干扰加硫脲消除；三价铁的干扰加抗坏血酸消除。含钼并同时存在砷、硅时，有时产生浑浊，加入适量酒石酸掩蔽。大于 1 毫克的碲能被抗坏血酸还原呈黑色而影响终点判断，采用控制抗坏血酸用量并在滴定至近终点时再调节 pH 的方法而克服。大于 1 毫克的锡，加少许氟化物消除干扰。大于 0.5 毫克的硒有干扰，但铋精矿中含锡及硒量甚微，可不考虑。

2 试剂

2.1 抗坏血酸。

2.2 盐酸（比重 1.19）。

2.3 硝酸（比重 1.42）。

2.4 硝酸（4+96）。

2.5 高氯酸（比重 1.67）。

2.6 乙酸钠溶液（20%）。

2.7 硫脲饱和溶液。

2.8 酒石酸溶液（10%）。

2.9 二甲酚橙溶液（0.1%）。

2.10 铋标准溶液：称取 0.2000 克纯铋（99.99%），置于 250 毫升烧杯中，加 15 毫升硝酸（1+2），加热溶解，煮沸 3~5 分钟，冷却，移入 100 毫升容量瓶中，用硝酸（2.4）洗净表皿及杯壁并稀释至刻度，摇匀。

2.11 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准溶液（约 0.01 M）。

2.11.1 配制：称取 3.8 克 EDTA 置于 250 毫升烧杯中，加水溶解，移入 1000 毫升容量瓶，加水稀释至刻度，摇匀。

2.11.2 标定：移取铋标准溶液（2.10）25.0 毫升于 500 毫升锥形瓶中，加 80 毫升水，加 0.2 克抗坏血酸（2.1）、5 毫升硫脲饱和溶液（2.7）、5 毫升酒石酸溶液（2.8），摇匀，用 EDTA 标准溶液（2.11.1）滴定至黄色变浅，加 3~4 滴二甲酚橙溶液（2.9），用乙酸钠溶液（2.6）调节至 pH 1.5~1.7，加水至 200 毫升，继续滴定至红色变为亮黄色为终点。

按下式计算 EDTA 标准溶液对铋的滴定度:

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——EDTA 标准溶液对铋的滴定度, 克/毫升;

m ——所取铋标准溶液含铋的重量, 克;

V ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积, 毫升。

3 分析步骤

3.1 称取 0.5000 克试样置于 250 毫升烧杯中, 加少量水润湿。在分析试样的同时标定 EDTA 标准溶液的滴定度。

3.2 加 15 毫升盐酸 (2.2), 加热溶解, 蒸发至 3~5 毫升, 加 10 毫升硝酸 (2.3), 继续加热溶解, 蒸发至 2~3 毫升, 加 2~3 毫升高氯酸 (2.5) 蒸至冒浓烟, 取下, 加 8 毫升硝酸 (2.3), 用硝酸 (2.4) 吹洗表皿及杯壁, 加热煮沸使可溶性盐类溶解, 取下, 加 40 毫升水, 混匀, 冷至室温。

3.3 将上述溶液移入 100 毫升容量瓶中, 用硝酸 (2.4) 洗涤表皿及烧杯并稀释至刻度, 摇匀, 澄清。

3.4 移取 25.0 毫升清液于 500 毫升锥形瓶中, 加 80 毫升水、0.2 克抗坏血酸 (2.1), 摇匀, 加 5 毫升硫脲饱和溶液 (2.7) 和 5 毫升酒石酸溶液 (2.8), 摇匀。用 EDTA 标准溶液 (2.11.1) 滴定至黄色变浅, 加 3~4 滴二甲酚橙溶液 (2.9), 用乙酸钠溶液 (2.6) 调至 pH 1.5~1.7, 加水至 200 毫升, 继续滴定至红色变成黄色为终点。

注: 含铋量大于 1 毫克时, 为了控制抗坏血酸用量, 在其加入之前, 加 2 滴磺基水杨酸 (20%), 分次逐渐地加入抗坏血酸至红色消失, 以下按 3.4 条操作。

4 分析结果的计算

按下式计算铋的百分含量:

$$\text{Bi}(\%) = \frac{V \times T}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积, 毫升;

T ——EDTA 标准溶液对铋的滴定度, 克/毫升;

m ——分取的试液相当于试样的重量, 克。

5 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
含 铋 量	允 许 差	
10.00~30.00	0.40	
>30.00	0.50	

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人方开珑、张丽萍、晏素筠。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部标准 YB 497—65《铋精矿化学分析方法》作废。

中华人民共和国国家标准

铋精矿化学分析方法

EDTA 容量法测定铅

UDC 553.498
: 543.24
: 546.815
GB 3258.2—82

Chemical analysis of bismuth concentrate

The EDTA volumetric method for determination of lead

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准适用于铋精矿中 5% 以上含铅量的测定。

注：本标准不适用于含钨的铋精矿中铅量的测定。

1 方法提要

试样用盐酸、硝酸溶解，硫酸冒烟，于 3.6~5.4N 的硫酸溶液中沉淀铅为硫酸铅，以酒石酸为络合剂。过滤硫酸铅与大部分共存元素分离。硫酸铅沉淀溶于 pH5.8~6.0 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液，以二甲酚橙为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定，借此测得铅的含量。

在被滴定溶液中，少量夹杂的铋加巯基乙酸掩蔽，铁加抗坏血酸掩蔽，铜加硫脲掩蔽；试样中的三氧化钨量大于 20 毫克时，应在酸溶试样后过滤除去钨酸沉淀，滤液再加硫酸冒烟。

2 试剂

2.1 抗坏血酸。

2.2 乙醇 (95%)。

2.3 乙醇 (1+4)。

2.4 盐酸 (比重 1.19)。

2.5 硝酸 (比重 1.42)。

2.6 硫酸 (比重 1.84)。

2.7 硫酸 (5+95)。

2.8 硫脲饱和溶液。

2.9 酒石酸溶液 (20%)。

2.10 巯基乙酸溶液 (1+99)。

2.11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：称取 500 克无水乙酸钠，用水溶解后，加 125 毫升乙酸 (36%)，加水稀释至 2500 毫升，混匀。

注：乙酸-乙酸钠缓冲溶液的 pH 应为 5.8~6.0，若上述配制的溶液 pH 低于 5.8 或高于 6.0，应补加乙酸钠或乙酸调节至 pH 5.8~6.0。

2.12 二甲酚橙溶液 (0.1%)。

2.13 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准溶液 (约 0.01M)。

2.13.1 配制：称取 3.8 克 EDTA，加水溶解，加水稀释至 1000 毫升，混匀。

2.13.2 标定：称取 0.1000 克纯铅 (99.99%) 置于 300 毫升烧杯中，加 8 毫升硝酸 (1+2)，加热溶解完全，加 12 毫升硫酸 (2.6)，加热蒸发至冒浓烟 1~2 分钟，取下冷却。加 20 毫升酒石酸溶液 (2.9)，用少量水吹洗表皿及杯壁，加 40 毫升水，煮沸 5 分钟，冷却，加 10 毫升乙醇 (2.2)，静置

过夜。用双层慢速滤纸过滤，以下按分析步骤 3.4~3.6 条所述进行。

注：双层滤纸是上层用一张 11 厘米慢速滤纸，下层在中心部分用四分之一张同样滤纸重叠折成。

按下式计算 EDTA 标准溶液对铅的滴定度：

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——EDTA 标准溶液对铅的滴定度，克/毫升；

m——称取纯铅量，克；

V——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积，毫升。

3 分析步骤

3.1 称取 0.5000 克试样，置于 300 毫升烧杯中，加少量水润湿。在分析试样的同时标定 EDTA 标准溶液的滴定度。

注：含硅高的试样，称样后加少许氟化铵。

3.2 加 15 毫升盐酸 (2.4)，加热溶解数分钟，加 8 毫升硝酸 (2.5)，继续加热溶解，蒸发至 3~5 毫升，取下冷却。加 12 毫升硫酸 (2.6)，蒸发至冒浓烟 1~2 分钟，取下冷却。

注：① 冒烟时如试液呈黑色，滴加数滴硝酸-硫酸混合酸 (1+1)，使其变白。

② 试样中含三氧化钨量大于 20 毫克时，试样加盐酸、硝酸溶解，蒸发至近干。加 5 毫升硝酸 (2.5)，用约 20 毫升水吹洗表皿及杯壁，加热至沸，用中速滤纸过滤，用硝酸 (5+95) 洗烧杯 4 次，洗沉淀 6 次。滤液连同洗液用 300 毫升烧杯承接，滤液蒸发至 5 毫升，加 12 毫升硫酸 (2.6)，蒸发至冒浓烟 1~2 分钟。

3.3 加 20 毫升酒石酸溶液 (2.9)，用少量水吹洗表皿及杯壁，加 40 毫升水，混匀。煮沸 5 分钟，取下冷却，加 10 毫升乙醇 (2.2)，静置过夜。

3.4 用双层慢速滤纸* 过滤，用硫酸 (2.7) 洗烧杯 3 次，洗沉淀 5~6 次，用乙醇 (1+4) 洗烧杯及沉淀各 1 次。

3.5 将滤纸展开，连同沉淀移入原烧杯中。加 30 毫升乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (2.11)，加 40 毫升水，煮沸 10~15 分钟，搅拌使沉淀溶解，取下冷却，加水至 150 毫升。

3.6 加少许抗坏血酸 (2.1)、2 毫升硫脲饱和溶液 (2.8)、2 毫升巯基乙酸溶液 (2.10)、2~4 滴二甲酚橙溶液 (2.12)，搅匀。用 EDTA 标准溶液滴定至红色恰变黄色为终点。

4 分析结果的计算

按下式计算铅的百分含量：

$$\text{Pb} (\%) = \frac{V \times T}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：V——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积，毫升；

T——EDTA 标准溶液对铅的滴定度，克/毫升；

m——称样量，克。

5 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

• 见 2.13.2 款的注。

GB 3258.2—82

		%
含	铅	量
5.00~10.00		0.40
>10.00		0.50

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人张丽萍、黄崇祀、刘成辉、刘华英。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 497—65《铋精矿化学分析方法》作废。

中华人民共和国国家标准

铋精矿化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅

UDC 553.498
: 543.42
: 546.284-31
GB 3258.3-82

Chemical analysis of bismuth concentrate
The molybdenum blue photometric method for
determination of silicon dioxide

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准适用于铋精矿中二氧化硅量的测定。测定范围：0.50~20.00%。

1 方法提要

试样用氢氧化钠熔融分解，用热稀硫酸浸出熔融物。在 0.15 N 的硫酸溶液中，加入钼酸铵与硅酸生成硅钼杂多酸，用丙酮作稳定剂，然后在 2.7 N 硫酸溶液中，以草酸、酒石酸作掩蔽剂，以抗坏血酸还原硅钼黄为硅钼蓝，用光度法或差示光度法于分光光度计 660 nm 处测量其吸光度。

在被测定溶液中分别含 0.35 毫克砷、0.02 毫克磷、2.5 毫克铋、1.5 毫克铁、0.6 毫克铜、0.5 毫克锰、0.25 毫克铝、0.2 毫克碲、0.2 毫克铅、0.2 毫克三氧化钨、0.025 毫克氟等不干扰测定。

2 试剂

2.1 氢氧化钠。

2.2 丙酮。

2.3 无水乙醇。

2.4 钼酸铵溶液（10%）：过滤后使用。

2.5 硫酸（1+1）。

2.6 硫酸（1+5）。

2.7 硫酸（1+9）。

2.8 对硝基苯酚溶液（0.1%）。

2.9 混合酸：称取 30 克草酸、60 克酒石酸，置于 2000 毫升烧杯中，加 200 毫升水使其溶解，加 750 毫升硫酸（2.5），用水稀释至 1000 毫升，混匀。

2.10 还原液：1 份新配制的抗坏血酸溶液（2%）与 4 份混合酸（2.9）混合，用时现配。

2.11 二氧化硅标准溶液。

2.11.1 称取 0.5000 克二氧化硅（99.99%）。使用时，先在 950℃ 的高温炉中灼烧 20~30 分钟，置于干燥器内冷却至室温）置于预先盛有 5 克混合熔剂（1 份无水碳酸钾和 2 份无水碳酸钠，混匀）的铂坩埚中，搅匀后，再覆盖 2 克混合熔剂，于 950℃ 的高温炉中熔融 30 分钟，中间摇动 1 次，取出冷却，放入 300 毫升塑料杯中，加 150 毫升热沸水，搅拌，待熔融物溶解后，用热水洗净铂坩埚，此时溶液要清亮，冷却。移入 500 毫升容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。贮存于干塑料瓶中。此溶液每毫升含 1 毫克二氧化硅。

2.11.2 吸取 50.0 毫升二氧化硅标准溶液（2.11.1），置于 500 毫升容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。贮存于干塑料瓶中。此溶液每毫升含 100 微克二氧化硅。

3 分析步骤

3.1 称取 0.2500 克试样，置于 30 毫升银坩埚中（预先于坩埚中加入 2 克氢氧化钠），随同试样作空白。

3.2 覆盖 3 克氢氧化钠（2.1），滴加数滴无水乙醇（2.3），置于电炉上加热 15~20 分钟，移入 750℃ 的高温炉熔融 20~30 分钟，中间摇动坩埚 1 次，取下稍冷。

3.3 将坩埚与熔块移入 300 毫升塑料杯中（塑料杯内预先盛有 26 毫升硫酸（2.5）和 150 毫升近沸的水）浸取，取出坩埚，用近沸的水洗净坩埚，洗液并入烧杯中。此时，试样溶液体积约为 220 毫升，冷却至室温。

3.4 将溶液移入 250 毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，澄清或干过滤部分试样溶液。

3.5 吸取 5.0 毫升清液置于 100 毫升容量瓶中，加 1.5 毫升硫酸（2.6），加水至 47 毫升，加 8 毫升丙酮（2.2），加 5 毫升钼酸铵溶液（2.4），摇匀，放置 5~30 分钟。

注：硅钼黄显色的时间与温度有关，室温在 10℃ 以下，放置 30 分钟；10~20℃，放置 20 分钟；20~30℃，放置 10 分钟；30~35℃，放置 5 分钟。

3.6 加 25 毫升还原液（2.10），用水稀释至刻度，摇匀。放置 1 小时。

3.7 将部分溶液移入 1 厘米比色皿中，以试样空白为参比，于分光光度计 660 nm 处测量其吸光度。超过 600 微克二氧化硅的试样溶液，用同样条件显色的 400 微克二氧化硅标准溶液作参比，测量其吸光度。分别从工作曲线上查出相应的二氧化硅量。

4 工作曲线的绘制

4.1 移取 0.00, 0.30, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00, 3.50, 4.00, 5.00, 6.00 毫升二氧化硅标准溶液（2.11.2），置于一组 100 毫升容量瓶中，加 1 滴对硝基苯酚溶液（2.8），滴加硫酸（2.7）至黄色恰褪，加 1.5 毫升硫酸（2.6），加水至 47 毫升，加 8 毫升丙酮（2.2）、5 毫升钼酸铵溶液（2.4），摇匀。放置 5~30 分钟，以下按分析步骤 3.6 条操作。以试剂空白为参比，于分光光度计 660 nm 处测量其吸光度。以二氧化硅量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4.2 移取 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00, 9.00, 10.00 毫升二氧化硅标准溶液（2.11.2）置于一组 100 毫升容量瓶中，按 4.1 条操作，以同时显色的 400 微克二氧化硅标准溶液为参比，于分光光度计 660 nm 处测量其吸光度，以二氧化硅量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算二氧化硅的百分含量：

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{m_1}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的二氧化硅量，克；

V_1 ——分取试液体积，毫升；

V ——试液总体积，毫升；

m ——称样量，克。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

含 二 氧 化 硅 量	允 许 差	含 二 氧 化 硅 量	允 许 差
0.50~1.50	0.20	>5.00~10.00	0.40
>1.50~3.00	0.25	>10.00~20.00	0.50
>3.00~5.00	0.30		

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人陈绵浩、周安康、刘苹果。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准 YB 497—65《铋精矿化学分析方法》作废。