



中华人民共和国国家标准

GB/T 3254.1~3254.6—1998

三氧化二锑化学分析方法

Methods for chemical analysis of antimony trioxide

1998-07-15 发布

1999-02-01 实施

国家质量技术监督局 发布

目 录

前言 Ⅲ

GB/T 3254. 1—1998 三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 1

GB/T 3254. 2—1998 三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 4

GB/T 3254. 3—1998 三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 7

GB/T 3254. 4—1998 三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 13

GB/T 3254. 5—1998 三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 16

GB/T 3254. 6—1998 三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 19

前 言

本标准是对 GB 3254. 1~3254. 4—82 的修订。

原标准包括三个测定项目, 4 个分析方法, 其中测定主成分三氧化二锑列有两个分析方法, 只适用于以金属锑为原料生产的产品; 本标准包括 6 个测定项目, 7 个分析方法, 适用于分析各种工艺生产的三氧化二锑产品。新标准既充分满足了生产及用户的要求, 又做到了与国际上标准的接轨, 而且简化了分析程序, 节约了分析成本。

本标准适用于 GB/T 4062—1998 中三氧化二锑各牌号产品化学成分含量的测定, 其中三氧化二锑、砷量的测定方法及 GB/T 3254. 3 的附录 A (铅量的测定 双硫脲分光光度法) 的方法为修订。铅、铜、铁、硒量的测定方法为新制定的方法。

本标准中铅量的测定列有两个方法, 其中“原子吸收光谱法”为仲裁分析中优先采用的方法, 附录 A (铅量的测定 双硫脲分光光度法), 是基于目前大部分生产单位缺乏原子吸收光谱仪器, 且在这些单位已使用相当长时间, 有熟练的操作技术, 经修订改进后验证, 获得了准确结果的情况下列入标准的, 两个方法同时有效。

本标准从生效之日起, 同时代替 GB 3254. 1~3254. 4—82。

GB/T 3254. 3—1998 的附录 A 为标准的附录, 附录 B 为提示的附录。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由锡矿山矿务局负责起草。

本标准主要起草单位: 锡矿山矿务局。

本标准主要起草人: 曾福生、蔡旭、彭勇泉、吴东华、方晗琛、李文梅。

中华人民共和国国家标准

三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定

GB/T 3254.1—1998

代替 GB 3254.1~3254.2—82

Antimony trioxide—Determination of antimony trioxide content

1 范围

本标准规定了三氧化二锑中三氧化二锑含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中三氧化二锑含量的测定。测定范围:98.00%~99.95%。

2 引用标准

下列标准所包括的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试料用酒石酸溶解,在碳酸氢钠缓冲溶液中,以淀粉为指示剂,用碘标准溶液滴定至紫蓝色为终点,从准确称取消耗碘标准溶液的质量,来计算三氧化二锑的百分含量。

三氧化二锑定量干扰测定,应对其进行独立测定后校正结果。

4 试剂

4.1 碳酸氢钠。

4.2 酒石酸溶液(200 g/L)。

4.3 氢氧化钠溶液(230 g/L)。

4.4 碘标准滴定溶液

4.4.1 配制

称取 10.45 g 碘置于 1 000 mL 烧杯中,加入 100 g 碘化钾,加 200 mL 水溶解,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4.2 标定

随同标定做空白试验。

按 7.1 条称取 0.400 00 g 三氧化二锑(99.99%以上),置于 500 mL 锥形瓶中,用少量水润湿,加入 50 mL 酒石酸溶液(4.2),以下按 7.3.2 条进行。按式(1)计算碘标准溶液的实际浓度。

$$c = \frac{m}{0.07288 \times (m_1 - m_2 - m_3)} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/kg;

m ——三氧化二锑的质量, g;

- m_1 ——标定前,盛有碘标准滴定溶液的称量滴定瓶的质量,g;
 m_2 ——标定后,盛有剩余碘标准滴定溶液的称量滴定瓶的质量,g;
 m_3 ——随同标定的空白试验溶液所消耗碘标准溶液的质量,g;
 0.072 88——与 1.000 0 g 碘标准滴定溶液 [$c(I_2/2) = 1.000 0 \text{ mol/kg}$] 相当的三氧化二锑的质量, kg/mol。

平行标定三份,所消耗的碘标准滴定溶液质量的极差值不超过 0.020 0 g,取其平均值。否则,重新标定。

4.5 淀粉指示剂(10 g/L):称取 1 g 可溶性淀粉,置于 250 mL 烧杯中,加少量水调成糊状,在不断搅拌下加入 100 mL 沸水,静置,冷却。使用清液。

5 仪器

5.1 称量滴定瓶(约 100 mL),见图 1。

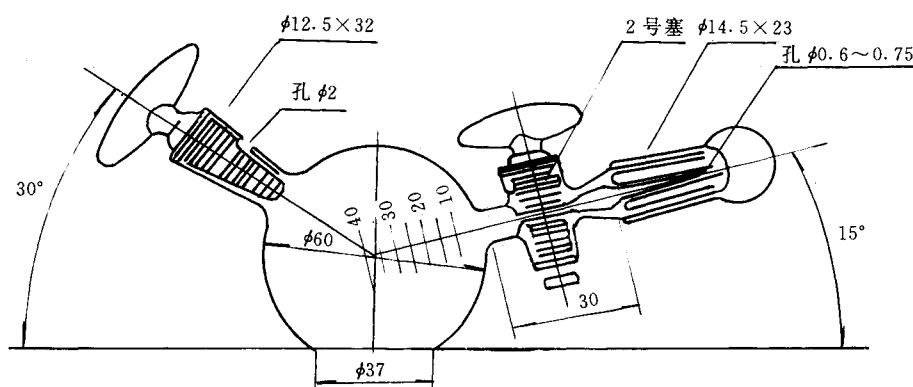


图 1 称量滴定瓶

5.2 分析天平,感量十万分之一。

5.3 电磁搅拌器。

6 试样

试样应在 100℃~105℃ 烘 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.400 00 g 试样,精确至 0.000 01 g。称样时,使用约 2 mm 厚的耐温塑料制成中间具有一尺寸为 $a \times b$, cm: 2×4 的凹槽小皿,试样加在小皿上称量。

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料连同小皿一起移入 500 mL 锥形瓶中,用少量水润湿。在分析试料的同时,标定碘标准滴定

溶液。

7.3.2 加入 50 mL 酒石酸溶液,摇动试料,盖上表面皿,加热,在保持溶液微沸的状态下溶解 0.5 h,在溶解过程中摇动锥形瓶 2~3 次,取下,冷却至室温。

7.3.3 加入 20 mL 氢氧化钠溶液,中和大部分酒石酸,再加入碳酸氢钠中和剩余的酒石酸至无明显的气体产生,并过量约 4 g。加入 40 mL 水,保持溶液温度在 15℃~40℃之间。加入 2 mL 淀粉指示剂。

7.3.4 称量盛有碘标准滴定溶液的称量滴定瓶的质量,装于盛有试料溶液的锥形瓶口上,在不断搅拌下,用碘标准滴定溶液滴定至溶液呈稳定的紫蓝色即为终点。再称量盛有剩余碘标准滴定溶液的称量滴定瓶的质量,两次称量结果之差即为碘标准滴定溶液的消耗量。

7.3.5 按照 GB/T 3254.2 测定砷含量并校正结果。

8 分析结果的表述

按式(2)计算三氧化二锑的百分含量:

$$\text{Sb}_2\text{O}_3(\%) = \frac{c \cdot (m_4 - m_5 - m_6) \times 0.07288}{m_0} \times 100 - \text{As}\% \times 1.945 \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/kg;

m_4 ——测定前盛有碘标准滴定溶液的称量滴定瓶的质量, g;

m_5 ——测定后盛有剩余碘标准滴定溶液称量滴定瓶的质量, g;

m_6 ——测定时,滴定随同试料的空白试验溶液所消耗的碘标准滴定溶液的质量, g;

m_0 ——试料的质量, g;

0.07288——与 1.000 0 g 碘标准滴定溶液 [$c(\text{I}_2/2) = 1.000 0 \text{ mol/kg}$] 相当的三氧化二锑的质量, kg/mol;

1.945——砷换算为三氧化二锑的系数。

所得结果表示至二位小数。

9 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于 0.12%。

中华人民共和国国家标准

三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定

GB/T 3254.2—1998

Antimony trioxide—Determination of arsenic content

1 范围

本标准规定了三氧化二锑中砷含量的测量方法。

本标准适用于三氧化二锑中砷含量的测定。测定范围:0.010%~0.60%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料用盐酸溶解,在浓度不小于 9 mol/L 的盐酸溶液中,用苯萃取三氯化砷,使其与基体及共存杂质分离。再用水反萃取砷并氧化成五价砷后,加钼酸铵和硫酸胂生成砷钼蓝,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 苯。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3 盐酸(3+1)。

4.4 硫酸(1+20)。

4.5 亚硫酸(1+2)。

4.6 氢氧化钠溶液(300 g/L):贮存于塑料瓶中。

4.7 碘溶液(5 g/L):称取 0.5 g 碘、1 g 碘酸钾于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 水溶解,用水稀释至 100 mL,贮存于棕色玻璃瓶中。

4.8 钼酸铵溶液(15 g/L):称取 1.5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 水溶解,加入 50 mL 硫酸(1+1),冷却后移入玻璃瓶中。用水稀释至 100 mL,混匀。

4.9 硫酸胂溶液(0.5 g/L)。

4.10 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。

4.11 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 预先经 100℃~110℃烘 2 h 置于干燥器中冷却至室温的基准三氧化二砷,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(50 g/L)溶解清亮,加入 100 mL 水,加入 10 mL 硫酸(1+1),移入

国家质量技术监督局 1998-07-15 批准

1999-02-01 实施

1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。

4.12 砷标准溶液:移取 20.00 mL 砷标准贮存溶液(4.11)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 砷。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

砷含量, %	试料量, g	分取试液体积, mL
≤ 0.050	0.200 0	全量
$> 0.050 \sim 0.12$	0.500 0	10.00
$> 0.12 \sim 0.060$	0.200 0	5.00

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.2)室温溶解至清亮。移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(4.2)稀释至刻度,混匀。

6.3.2 按表 1 移取试液于 125 mL 分液漏斗中,用盐酸(4.2)稀释至约 30 mL,加入 30 mL 苯,振荡萃取 1 min,静置分层。

6.3.3 将水相移入第二个预先加有 10 mL 苯的分液漏斗中,振荡萃取 1 min,静置分层。弃去水相。

6.3.4 将苯层合并于 125 mL 分液漏斗中,用 5 mL 盐酸(4.3)滴洗分液漏斗的口径及磨口塞,振荡 30 s,静置分层,弃去水相。再用 5 mL 盐酸(4.3)滴洗一次,静置分层,尽可能将水相分离干净。

6.3.5 加入 20 mL 水反萃取,振荡 30 s,静置分层,将水相移入 50 mL 容量瓶中,再加 15 mL 水,振荡 30 s,静置分层,将水相合并于容量瓶中。

6.3.6 加入 1 滴酚酞乙醇溶液,滴加氢氧化钠溶液中和至红色,再滴加硫酸至红色刚刚褪去,加入碘溶液至溶液呈黄色并过量 0.1 mL,混匀,静置 3 min。

6.3.7 加入亚硫酸使黄色褪去,加入 2.0 mL 钼酸铵溶液,混匀。加入 2.0 mL 硫酸肼溶液,混匀。于沸水浴中加热 7 min,取出,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.8 移取部分试液于 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 砷标准溶液,分别置于一组 125 mL 分液漏斗中,加入 30 mL 盐酸(4.2), 30 mL 苯,振荡萃取 1 min,静置分层。以下按 6.3.3~6.3.7 条进行。

6.4.2 将部分溶液移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算砷的百分含量:

$$\text{As}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的砷量， μg ；

V_0 ——试液总体积， mL ；

V_1 ——分取试液体积， mL ；

m_0 ——试料的质量， g 。

所得结果表示至二位小数。若砷含量小于 0.10% 时，表示至三位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列的允许差。

表 2 %

砷 含 量	允 许 差	砷 含 量	允 许 差
0.010~0.030	0.004	>0.11~0.20	0.01
>0.030~0.060	0.005	>0.20~0.30	0.02
>0.060~0.11	0.008	>0.30~0.60	0.03

中华人民共和国国家标准

三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定

GB/T 3254.3—1998

代替 GB 3254.4—82

Antimony trioxide—Determination of lead content

1 范围

本标准规定了三氧化二锑中铅含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中铅含量的测定。测定范围：0.010%~0.40%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728—87 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法提要

以氢溴酸溶解试料，蒸干，挥发除去绝大部分锑，用酒石酸钾钠掩蔽残留锑。在稀盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处，测量其吸光度。三氧化二锑中的其他杂质均不干扰测定。

4 试剂

本标准所用水均为二次蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 盐酸(1+1)。

4.4 酒石酸钾钠溶液(400 g/L)。

4.5 铅标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 纯铅，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(4.2)，加热溶解至清亮，煮沸除去氮的氧化物，冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

4.6 铅标准溶液：移取 20.00 mL 铅标准贮存溶液(4.5)置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(4.3)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 200 μ g 铅。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与测量基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 $0.2 \mu\text{g/mL}$ 。

精密度:用最高浓度标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差不得超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度标准溶液(不是“零”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:将工作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 0.8。

仪器工作条件见附录 B(提示的附录)。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.0001 g 。

表 1

铅含量, %	试料量, g
0.010~0.050	1.000 0
>0.050~0.15	0.500 0
>0.15~0.40	0.200 0

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入少量水润湿,加入 5~8 mL 氢溴酸,摇动片刻,置于低温电热板上蒸干,冷却。沿杯壁加入 2 mL 盐酸,蒸干,冷却。加入 5 mL 水,3 mL 盐酸,1 mL 酒石酸钾钠溶液,煮沸溶解残渣,冷却。移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零,测量溶液的吸光度。减去随同试料的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铅浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 铅标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,以水调零,测量溶液吸光度,减去标准溶液系列中“零”浓度溶液的吸光度。以铅浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铅的百分含量:

$$\text{Pb}(\%) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——自工作曲线上查得的试液中铅的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。若铅含量小于 0.10% 时,表示至三位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铅 含 量	试 料 量	铅 含 量	试 料 量
0.010~0.025	0.004	>0.080~0.13	0.01
>0.025~0.040	0.006	>0.13~0.25	0.02
>0.040~0.080	0.008	>0.25~0.40	0.03

附录 A

(标准的附录)

铅量的测定 双硫脲分光光度法

A1 范围

本标准规定了三氧化二锑中铅含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中铅含量的测定。测定范围:0.010%~0.30%。

A2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

A3 方法提要

试样用氢溴酸溶解,以酒石酸钾钠络合锑,在 pH8~9 氨性酒石酸盐中,加双硫脲四氯化碳溶液萃取铅与锑分离。用盐酸分解双硫脲铅,在 pH11 再用双硫脲四氯化碳溶液萃取铅,于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。

在分取试液中含 2.5 mg 砷、2.5 mg 铁、2 mg 铜、0.5 mg 硒以及小于 0.03 mg 的铋不干扰测定。

A4 试剂

本标准所用水均为二次蒸馏水或同等纯度的水。

A4.1 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

A4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

A4.3 盐酸(1+1)。

A4.4 盐酸(1+400)。

A4.5 氨水(1+1)。

A4.6 酒石酸钾钠溶液(400 g/L):称取 400 g 酒石酸钾钠($\text{KNaCH}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)置于 1 000 mL 烧杯中,加入约 650 mL 水,加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入(每次约 10 mL)双硫脲四氯化碳溶液(A4.10)振荡萃取,直至有机相呈亮绿色为止。弃去有机相,滴加盐酸(A4.3)酸化溶液,分次加入四氯化碳,洗涤残存于水相中的双硫脲直至有机相无色为止。将水相移入玻璃瓶中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

A4.7 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取 100 g 盐酸羟胺于 1 000 mL 烧杯中,加入约 650 mL 水溶解,加入 1~2 滴酚酞乙醇溶液(A4.14),用氨水(A4.5)中和至微红色,移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入(每次约 10 mL)双硫脲四氯化碳溶液(A4.10)振荡萃取,以下按 A4.6 条之提纯方法配制。

A4.8 氰化钾溶液(100 g/L)。

注:配制、使用和保存氰化钾溶液要特别小心,避免吸入含有氰化钾雾滴的空气,避免皮肤接触固体氰化钾或氰化钾溶液。应在通风良好的通风柜内使用。含氰化钾的废液要妥善处理。

A4.9 氰化钾氨液(20 g/L):称取 20 g 氰化钾,溶于 800 mL 水中,加入 100 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

A4.10 双硫脲四氯化碳溶液(0.4 g/L):称取 0.2 g 双硫脲于 100 mL 烧杯中,加入约 30 mL 三氯甲烷,摇动溶解完全后,移入 1 000 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 氨水(A4.5)、200 mL 水,振荡 1 min,静置分层,弃去有机相。加入 500 mL 四氯化碳,加入 40 mL 盐酸(A4.3)酸化,振荡 1 min,静置分层,将有机相移入棕色玻璃瓶中,加亚硫酸覆盖表面保护,放置阴暗处保存。

A4.11 双硫脲四氯化碳溶液(0.04 g/L):移取 50 mL 双硫脲四氯化碳溶液(A4.10),置于 1 000 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 氨水(A4.5)、200 mL 水,振荡 1 min,静置分层,弃去有机相,加入 10 mL 四氯化碳,振荡 30 s,静置分层,弃去有机层。加入 500 mL 四氯化碳,加入 20 mL 盐酸(A4.3)酸化,振荡 1 min,静置分层,将有机相移入棕色玻璃瓶中,放置于阴暗处。当日配制。

A4.12 铅标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铅,置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),微热溶解至清亮,煮沸约 1 min,驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 100 μ g 铅。

A4.13 铅标准溶液:移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液(A4.12)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铅。

A4.14 酚酞乙醇溶液(10 g/L)。

A5 仪器

分光光度计。

A6 分析步骤

A6.1 试料

按表 A1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 A1

铅含量, %	试料量, g	分取试液体积, mL	铅含量, %	试料量, g	分取试液体积, mL
≤ 0.010	0.200 0	全取	$> 0.10 \sim 0.20$	0.300 0	5.00
$> 0.010 \sim 0.040$	0.300 0	20.00	$> 0.20 \sim 0.30$	0.200 0	5.00
$> 0.040 \sim 0.10$	0.300 0	10.00			

独立地进行二次测定,取其平均值。

A6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A6.3 测定

A6.3.1 将试料(A6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 8 mL 氢溴酸,摇动使大部分试料溶解,盖上表面皿,移入低温电热板上加热至试料完全溶解。加入 10 mL 酒石酸钾钠溶液,取下冷却,移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

A6.3.2 按表 A1 移取试液(A6.3.1)置于已盛 20 mL 水的第一个 125 mL 分液漏斗中。

A6.3.3 加入 1 mL 盐酸羟胺溶液,补加 1 mL 酒石酸钾钠溶液,加入 2 滴酚酞乙醇溶液,用氨水中和至红色,滴加盐酸(A4.3)使红色褪去,并过量 2 滴,混匀。加入 1 mL 氰化钾溶液,混匀,溶液呈微红色,约 pH8.5,必要时滴加氨水调整。

A6.3.4 加入 15 mL 双硫脲四氯化碳溶液(A4.11),振荡 1 min,静置分层,将有机相放入第二个 125 mL 分液漏斗中。于水相中再加入 5 mL 双硫脲四氯化碳溶液(A4.11),振荡 1 min,静置分层,将有机相合并于第二个分液漏斗中。于有机相中加入 50 mL 盐酸(A4.4),振荡 30 s,静置分层,弃去有机相。加入 25.00 mL 双硫脲四氯化碳溶液(A4.11)于第二个分液漏斗中,加入 20 mL 氰化钾溶液,振荡 1 min,静置分层。

A6.3.5 移取部分有机相于 1 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 520 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铅量。

A6.4 工作曲线的绘制

A6.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 铅标准溶液(A4.13)置于一组 125 mL 分液漏斗中,用水稀释至约 20 mL,以下按 A6.3.3~A6.3.4 条进行。

A6.4.2 移取部分试液于 1 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 520 nm 处,测量其吸光度。以铅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

A7 分析结果的表述

按式 A1 计算铅的百分含量:

$$\text{Pb}(\%) = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铅量, μg ;

V ——试液的总体积,mL;

V_1 ——分取试液的体积,mL;

m_0 ——试料的质量,g。

所得结果表示至二位小数,若铅含量小于 0.10% 时,表示至三位小数。

A8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 A2 所列允许差。

表 A2 %

铅 含 量	允 许 差	铅 含 量	允 许 差
≤ 0.030	0.005	$> 0.13 \sim 0.20$	0.020
$< 0.030 \sim 0.080$	0.008	$> 0.20 \sim 0.30$	0.030
$> 0.080 \sim 0.13$	0.015		

附 录 B

(提示的附录)

仪器的工作条件

使用 WFX-1C 型原子吸收光谱仪的工作条件如表 B1。

表 B1

波长	灯电流	光谱通带	观测高度	空气流量	乙炔流量
nm	mA	nm	mm	L/min	L/min
283.3	2	0.4	8	7	1

中华人民共和国国家标准

三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定

GB/T 3254.4—1998

Antimony trioxide—Determination of copper content

1 范围

本标准规定了三氧化二锑中铜含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中铜含量的测定。测定范围:0.000 20%~0.005 0%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料用氢溴酸及盐酸溶解,蒸干,挥发除去绝大部分锑。在 pH8~10 氨性介质中,以酒石酸钾钠掩蔽干扰元素,双乙醛草酰二脲与铜生成稳定的紫色化合物,于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 乙醛(40%)。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.4 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

4.5 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

4.6 盐酸(1+1)。

4.7 硝酸(1+1)。

4.8 酒石酸钾钠溶液(400 g/L)。

4.9 双环己酮草酰二脲(BCO)溶液(2 g/L):称取 1.0 gBCO 置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 乙醇,200 mL 热水(60℃~80℃),搅拌溶解(若有未溶残渣,应加热溶解),冷却后,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.10 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铜置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(4.7)微热溶解后,煮沸 0.5 min,驱除氮的氧化物,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。

4.11 铜标准溶液:移取 5.00 mL 铜标准贮存溶液(4.10)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.5 μg 铜。

4.12 中性红乙醇溶液(0.1 g/L)。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铜含量, %	试料量, g	加入盐酸量, mL	铜含量, %	试料量, g	加入盐酸量, mL
$\leq 0.000\ 50$	2.000 0	8	$> 0.001\ 2 \sim 0.002\ 4$	0.500 0	4
$> 0.000\ 50 \sim 0.001\ 2$	1.000 0	6	$> 0.002\ 4 \sim 0.005\ 0$	0.200 0	2

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 2 mL 氢溴酸,按表 1 加入盐酸(4.2),低温加热溶解并蒸干,取下冷却,加入 2 mL 氢溴酸加热蒸干,取下稍冷。再加入 2 mL 盐酸(4.2),1 mL 硝酸(4.3)加热蒸干,稍冷。

6.3.2 沿杯壁加入 3 mL 水,2 mL 盐酸(4.6),2 mL 酒石酸钾钠,加热至沸,溶解残渣,取下冷却。

6.3.3 将试液移入 25 mL 比色管中,加入 1 滴中性红乙醇溶液,用氨水调至红色,继续滴加氨水至红色消失,并过量 0.2 mL。加入 1 mL 乙醛,4 mL BCO 溶液,每加一种试剂,均须混匀,于 60 $^{\circ}\text{C}$ 左右的水浴中加热 8 min。取出,冷却,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.4 将部分溶液移入 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液作参比,于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铜量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 铜标准溶液,分别置于一组 25 mL 比色管中,加入 1 mL 盐酸(4.6),以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 将部分溶液移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度,以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铜量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至四位小数。若铜含量小于 0.001 0% 时,表示至五位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铜 含 量	允 许 差	铜 含 量	允 许 差
$\leq 0.000\ 50$	0.000 10	$> 0.002\ 0 \sim 0.003\ 0$	0.000 4
$> 0.000\ 50 \sim 0.001\ 0$	0.000 20	$> 0.003\ 0 \sim 0.005\ 0$	0.000 5
$> 0.001\ 0 \sim 0.002\ 0$	0.000 3		

中华人民共和国国家标准

三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定

GB/T 3254.5—1998

Antimony trioxide—Determination of iron content

1 范围

本标准规定了三氧化二锑中铁含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中铁含量的测定。测定范围:0.000 20%~0.010%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料用盐酸、氢溴酸溶解并蒸干除锑,用盐酸溶解残渣,以乙酸钠溶液控制显色酸度,加入盐酸羟胺,将高价铁还原为二价铁与邻二氮杂菲生成有色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 酒石酸钾钠溶液(100 g/L):称取 100 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)置于 1 000 mL 烧杯中,加 500 mL 水加热溶解,加入 20 mL 盐酸羟胺溶液,20 mL 邻二氮杂菲溶液,煮沸 2 min,取下冷却至室温。加入 10 mL 硫氰酸钾溶液(200 g/L),移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入三氯甲烷(每次 10 mL)振荡萃取,直至有机层无色,弃去有机层。将水相移入玻璃瓶中用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.6 乙酸钠溶液(300 g/L):称取 300 g 无水乙酸钠置于 1 000 mL 烧杯中,加入 650 mL 水加热溶解,经提纯后(提纯方法,见 4.5),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.7 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取 100 g 盐酸羟胺置于 1 000 mL 烧杯中,加 500 mL 水溶解,用氨水(ρ 0.90 g/mL)调节至 pH7 左右,加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液(4.8),煮沸 2 min,取下,冷却至室温。加入 20 mL 硫氰酸钾溶液(200 g/L),移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入三氯甲烷(每次 10 mL)振荡萃取,直至有机层无色,弃去有机层,将水相移入玻璃瓶中用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.8 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。

国家质量技术监督局 1998-07-15 批准

1999-02-01 实施

4.9 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铁(99.99%)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),加热溶解至清亮,煮沸 1 min 驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水洗涤烧杯并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

4.10 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(4.9)于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 4 μg 铁。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铁含量, %	试料量, g	铁含量, %	试料量, g
0.000 20~0.001 0	2.000 0	>0.002 0~0.005 0	0.400 0
>0.001 0~0.002 0	1.000 0	>0.005 0~0.010	0.200 0

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.1),低温加热溶解并缓慢蒸发至恰干,取下稍冷;再加入 5 mL 盐酸(4.1)、1 mL 氢溴酸,缓慢蒸发至恰干,取下稍冷;加入 2 mL 盐酸(4.4)、1 mL 硝酸,低温蒸干,稍冷。

6.3.2 加入 2 mL 盐酸(4.4)、5 mL 酒石酸钾钠溶液,加热煮沸溶解残渣,取下,冷却。

6.3.3 将试液移入 25 mL 容量瓶中,加入 5 mL 乙酸钠溶液、2 mL 盐酸羟胺溶液、2 mL 邻二氮杂菲溶液,混匀。置于沸水浴中煮沸 2 min,冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.4 将部分溶液(6.3.3)移入 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 铁标准溶液于一组 25 mL 容量瓶中,以水稀释至 10 mL,加入 2 mL 盐酸(4.4),以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铁量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至三位小数,若铁含量小于 0.010% 时表示至四位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铁 含 量	允 许 差
≤ 0.0010	0.0002
$> 0.0010 \sim 0.0050$	0.0003
$> 0.0050 \sim 0.010$	0.0010

中华人民共和国国家标准

三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定

GB/T 3254.6—1998

Antimony trioxide—Determination of selenium content

1 范围

本标准规定了三氧化二锑中硒含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中硒含量的测定。测定范围:0.000 50%~0.040%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料用盐酸、过硫酸铵分解,加砷除去过量的过硫酸铵,用柠檬酸铵-草酸-三乙醇胺联合掩蔽主成分锑,以 Na_2EDTA 消除铅、铜、铁等杂质元素的干扰。硒(IV)与硒试剂生成的有色络合物,用甲苯萃取,于分光光度计波长 430 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 甲苯。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 氨水(1+4)。

4.7 过硫酸铵溶液(200 g/L)。

4.8 硝酸银溶液(10 g/L)。

4.9 砷溶液(10 g/L):称取 1.32 g 三氧化二砷溶于 20 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)中,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.10 草酸溶液(50 g/L)。

4.11 柠檬酸三铵溶液(500 g/L)。

4.12 三乙醇胺(1+1)。

4.13 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(50 g/L)。

4.14 3,3'-二氨基联苯胺(硒试剂)溶液(5 g/L)。用时现配。

4.15 硒标准贮存溶液:称取 0.100 0g 纯硒于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(4.3),于沸水浴上加热溶解并蒸干,冷却;加水溶解二氧化硒,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 硒。

4.16 硒标准溶液:移取 10.00 mL 硒标准贮存溶液(4.15)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 硒。

4.17 间甲酚紫乙醇溶液(1 g/L)。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

硒含量, %	试料量, g
0.000 50~0.003 0	1.000 0
>0.003 0~0.008 0	0.500 0
>0.008 0~0.020	0.200 0
>0.020~0.040	0.100 0

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(4.2)、3 mL 过硫酸铵溶液、0.1 mL 硝酸银溶液,轻轻摇动,使绝大部分试料溶解,低温加热溶解并煮沸 30 s,取下冷却。

6.3.2 加入 1 mL 砷溶液、5.0 mL 草酸溶液、10.0 mL 柠檬酸铵溶液、2.0 mL 三乙醇胺、2 mL EDTA 溶液,混匀。

6.3.3 加入 0.1 mL 间甲酚紫乙醇溶液,用氨水(4.4)调至溶液呈淡红色(pH1~3),加入 3 mL 硒试剂溶液,于沸水浴上加热 5 min,显色,取下冷却。

6.3.4 用氨水(4.4)将溶液的酸度调至 pH6.0~8.0。移入 125 mL 分液漏斗中,用少量水洗涤烧杯,洗液并入分液漏斗中,加入 15.0 mL 甲苯,振荡 1 min,静置分层,弃去水相。

6.3.5 将部分溶液(6.3.4)经脱脂棉过滤,移入 2 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 430 nm 处,测量溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的硒量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00 mL 硒标准溶液分别置于一组 100 mL 烧杯中,用水稀释至 20 mL,加入 2 滴盐酸(4.5),以下按 6.3.3~6.3.4 条进行。

6.4.2 取部分溶液(6.4.1)经脱脂棉过滤,移入 2 cm 吸收皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 430 nm 处,测量溶液的吸光度。以硒量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算硒的百分含量:

$$\text{Se}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的硒量， μg ；

m_0 ——试料的质量， g 。

所得结果表示至三位小数。若硒含量小于 0.010% 时，表示至四位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

硒 含 量	允 许 差
≤ 0.0010	0.0004
$> 0.0010 \sim 0.0030$	0.0006
$> 0.0030 \sim 0.0060$	0.0008
$> 0.0060 \sim 0.010$	0.0010
$> 0.010 \sim 0.040$	0.002

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
三氧化二锑化学分析方法
GB/T 3254.1~3254.6—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

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

*

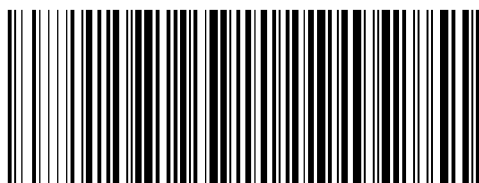
开本 880×1230 1/16 印张 1 $\frac{3}{4}$ 字数 44 千字
1998年12月第一版 1998年12月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-15343 定价 15.00 元

*

标 目 356—22



GB/T 3254.1-1998 H