

ICS 77.120.01  
H 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3254.5—1998

---

## 三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定

*Antimony trioxide—Determination of iron content*

1998-07-15 发布

1999-02-01 实施

---

国家质量技术监督局 发布

## 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锡列有两个分析方法,只适用于以金属锡为原料生产的产品;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锡产品。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 中三氧化二锡各牌号产品化学成分含量的测定,其中三氧化二锡、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,且在各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 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( $\rho$ 1.19 g/mL)。

4.2 氢溴酸( $\rho$ 1.48 g/mL)。

4.3 硝酸( $\rho$ 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( $\rho$ 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