

ICS 77.120.01
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 3254.2—1998

三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定

Antimony trioxide—Determination of arsenic 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。

三氧化二锑化学分析方法
砷量的测定

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,加钼酸铵和硫酸肼生成砷钼蓝,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 硫酸肼溶液(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°C~110°C 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