

ICS 77.120.60
H 62



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.4—2001

锑化学分析方法 硫量的测定

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of sulfur content

2001-07-10 发布

2001-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 3253.1~3253.7—1982《铈化学分析方法》及 GBn 165.1~165.5—1982《铈化学分析方法》的修订。其中 GBn 165.1~165.5—1982 已于 1994 年清理整顿时改为行业标准 YS/T 211.1~211.5—1994, 列有 5 个分析方法, 包括锡、铋、镉、钴、镍 5 个分析项目, 此次修订, 只保留铋的分析项目。

原标准包括 11 个测定项目, 12 个分析方法。本标准包括 7 个测定项目, 8 个测定方法。新标准简化了分析程序, 节约了成本, 可充分满足生产及用户的要求。

GB/T 3253.1—2001《砷量的测定》是对 GB/T 3253.1—1982《铈化学分析方法 铝蓝光度法测定砷》的修订, 修订的主要内容是工作曲线的绘制方法。

GB/T 3253.2—2001《铁量的测定》是对 GB/T 3253.2—1982《铈化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁》的重新确认, 只进行编辑性修改。

GB/T 3253.3—2001《铅、铜量的测定》中分别采用两种分析方法, 方法 1《原子吸收光谱法测定铅、铜量》是对 GB/T 3253.5—1982《铈化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅、铁、铜》的修订, 修订的主要内容是删去了其中铁量测定部分。此方法推荐为仲裁方法。另外由于原标准中的化学法使用广泛, 准确度高, 简便而快捷, 同时列入了方法 2、方法 3。方法 2《双硫脲光度法测定铅量》是对 GB/T 3253.3—1982《铈化学分析方法 双硫脲光度法测定铅》的修订, 修订的主要内容是减小氰化钾氨液的浓度, 删去了附录 A 部分。方法 3《铜试剂光度法测定铜量》是对 GB/T 3253.4—1982《铈化学分析方法 新铜试剂光度法测定铜》的修订, 修订的主要内容是采用简便适应的铜试剂光度法。

GB/T 3253.4—2001《硫量的测定》是对 GB/T 3253.6—1982《铈化学分析方法 燃烧碘量法测定硫》的修订, 修订的主要内容是采用过氧化氢吸收 SO_2 使之转化为硫酸, 用氢氧化钠中和滴定。

GB/T 3253.5—2001《硒量的测定》是对 GB/T 3253.7—1982《铈化学分析方法 3,3-二氨基联苯胺光度法测定硒》的重新确认, 只进行编辑性修改。

GB/T 3253.6—2001《铋量的测定》的主要内容是采用先进可靠的原子吸收光谱法。

本标准遵守:

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 7728—1987 冶金产品化学分析方法 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析方法 分光光度法通则

本标准从实施之日起, 同时代替 GB/T 3253.1~3253.7—1982、YS/T 211.1~211.5—1994(原 GBn 165.1~165.5—1982)。

GB/T 3253.3—2001 的附录 A 为提示的附录。GB/T 3253.6—2001 的附录 A 为提示的附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所负责归口。

本标准由锡矿山矿务局负责起草。

本标准由锡矿山矿务局、广西冶金研究院起草。

本标准主要起草人: 周文生、曾福生。

本标准各分析方法主要起草单位与起草人如表 1。

表 1

分析方法		起草单位	主要起草人
砷量的测定		锡矿山矿务局	周文生、彭湘衡、范建中
铁量的测定		锡矿山矿务局	周文生、李文轩
铅、铜量的测定	方法一	锡矿山矿务局	曾福生、欧阳柏树
	方法二	锡矿山矿务局	周文生、张明缓、李文梅
	方法三	锡矿山矿务局	吴东华、曾福生
硫量的测定		锡矿山矿务局	欧阳柏树、曾福生
硒量的测定		锡矿山矿务局	周文生、段尧封、罗长生
铋量的测定		广西冶金研究院	邓汉金、黄肇敏

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

锑化学分析方法 硫量的测定

GB/T 3253.4—2001

代替 GB/T 3253.6—1982

Methods for chemical analysis of antimony— Determination of sulfur content

1 范围

本标准规定了锑中硫含量的测定方法。

本标准适用于锑中硫含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.25%。

2 方法提要

试样在高温氧气流中燃烧,使硫转化为二氧化硫,用过氧化氢吸收并转化成硫酸,以甲基红-次甲基蓝溶液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色转变为亮绿色即为终点。

3 试剂

3.1 氢氧化钾。

3.2 无水氯化钙。

3.3 过氧化氢吸收溶液(1+99)。

3.4 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:20 单位体积甲基红乙醇溶液(0.3 g/L)与 3 单位体积次甲基蓝溶液(1 g/L)混合。

3.5 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.005 \text{ mol/L}$]

3.5.1 配制:称取 0.2 g 氢氧化钠,置于 250 mL 烧杯中,用不含二氧化碳的水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度,混匀。贮于塑料瓶中。

3.5.2 标定:称取 5.000 0 g 预先经 100℃~105℃ 烘干 2 h 的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂),置于 500 mL 烧杯中,加不含二氧化碳的水溶解至清亮,移入 1 000 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 0 g 邻苯二甲酸氢钾。

准确移取 10.00 mL 邻苯二甲酸氢钾标准溶液置于 300 mL 锥形瓶中,加 50 mL 不含二氧化碳的水,2 滴酚酞乙醇溶液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色即为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L。

$$c = \frac{V_0 \times 0.005 0}{(V_1 - V_0) \times 0.204 2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——移取邻苯二甲酸氢钾标准溶液的体积, mL;

V_1 ——标定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——标定时空白溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;