



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.4—2009
代替 GB/T 3253.4—2001

锑及三氧化二锑化学分析方法 锑中硫量的测定 燃烧中和法

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—
Determination of sulfur content in antimony—
Burning and Sodium hydroxide titration method

2009-04-08 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 3253《锑及三氧化二锑化学分析方法》共有 11 个部分：

- GB/T 3253.1—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- GB/T 3253.2—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- GB/T 3253.3—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.4—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 锑中硫量的测定 燃烧中和法；
- GB/T 3253.5—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.6—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.7—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.8—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 碘量法；
- GB/T 3253.9—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.10—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.11—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铊量的测定 原子吸收光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分代替 GB/T 3253.4—2001《锑化学分析方法 硫量的测定》。与 GB/T 3253.4—2001 相比，本部分有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位：湖南辰州矿业股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：崔德海、宋应球、阳柏树、宗屹、吴少波、徐晓燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3253.6—1982、GB/T 3253.4—2001。

锑及三氧化二锑化学分析方法

锑中硫量的测定

燃烧中和法

1 范围

GB/T 3253 的本部分规定了锑中硫量的测定方法。

本部分适用于锑中硫量的测定。测定范围:0.002 0%~0.10%。

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变为亮绿色即为终点。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

3.1 氢氧化钾。

3.2 无水氯化钙。

3.3 过氧化氢吸收溶液(2+98)。

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。

3.5.1 配制

称取 0.2 g 氢氧化钠,置于 250 mL 烧杯中,用煮沸冷却后的水溶解,稀释至 1 000 mL,混匀。储存于塑料瓶中。

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,加热煮沸冷却后的水溶解至清亮,移入 1 000 mL 容量瓶中,用煮沸冷却后的水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 0 g 邻苯二甲酸氢钾。

准确移取 5.00 mL 邻苯二甲酸氢钾标准溶液置于 300 mL 锥形瓶中,加 50 mL 煮沸冷却后的水,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:

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

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——移取邻苯二甲酸氢钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——标定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——标时空白溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.005 0——邻苯二甲酸氢钾标准溶液的浓度,单位为克每毫升(g/mL);