

ICS 77.120.60
H 62



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.2—2001

锑化学分析方法 铁量的测定

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of iron 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《锑化学分析方法》及 GBn 165.1~165.5—1982《锑化学分析方法》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《锑化学分析方法 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《锑化学分析方法 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《锑化学分析方法 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《锑化学分析方法 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《锑化学分析方法 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《锑化学分析方法 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《锑化学分析方法 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 铁量的测定

GB/T 3253.2—2001

代替 GB/T 3253.2—1982

Methods for chemical analysis of antimony— Determination of iron content

1 范围

本标准规定了锑中铁含量的测定方法。

本标准适用于锑中铁含量的测定。测定范围：0.005 0%~0.30%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸溶解，加酒石酸钾钠络合锑盐，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 处测量其吸光度。

在分取试液中含 2.5 mg 铅、1.5 mg 砷、0.4 mg 铜、0.05 mg 硒不干扰测定。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.4 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。

3.5 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，加入 500 mL 水溶解，用氨水调节至 pH7 左右，加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液(3.4)，煮沸 2 min，取下，冷却至室温。加入 20 mL 硫氰化钾溶液(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。

3.6 酒石酸钾钠溶液(250 g/L)：称取 250 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，加入 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 20 mL 硫氰化钾溶液(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。

3.7 乙酸钠溶液(200 g/L)：称取 200 g 无水乙酸钠置于 1 000 mL 烧杯中，加入 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 20 mL 硫氰化钾溶液(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。

3.8 铁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铁($\geq 99.99\%$)置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(1+1)，微热溶解至清亮，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。

3.9 铁标准溶液：移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶