

ICS 77.120.01  
H 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3254.1—1998

---

## 三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定

Antimony trioxide—Determination of antimony trioxide 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 三氧化二锑量的测定

GB/T 3254.1—1998

代替 GB 3254.1~3254.2—82

Antimony trioxide—Determination of antimony trioxide content

### 1 范围

本标准规定了三氧化二锑中三氧化二锑含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中三氧化二锑含量的测定。测定范围:98.00%~99.95%。

### 2 引用标准

下列标准所包括的条文,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

### 3 方法提要

试料用酒石酸溶解,在碳酸氢钠缓冲溶液中,以淀粉为指示剂,用碘标准溶液滴定至紫蓝色为终点,从准确称取消耗碘标准溶液的质量,来计算三氧化二锑的百分含量。

三氧化二锑定量干扰测定,应对其进行独立测定后校正结果。

### 4 试剂

4.1 碳酸氢钠。

4.2 酒石酸溶液(200 g/L)。

4.3 氢氧化钠溶液(230 g/L)。

4.4 碘标准滴定溶液

4.4.1 配制

称取 10.45 g 碘置于 1 000 mL 烧杯中,加入 100 g 碘化钾,加 200 mL 水溶解,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4.2 标定

随同标定做空白试验。

按 7.1 条称取 0.400 00 g 三氧化二锑(99.99%以上),置于 500 mL 锥形瓶中,用少量水润湿,加入 50 mL 酒石酸溶液(4.2),以下按 7.3.2 条进行。按式(1)计算碘标准溶液的实际浓度。

$$c = \frac{m}{0.07288 \times (m_1 - m_2 - m_3)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $c$ ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/kg;

$m$ ——三氧化二锑的质量, g;