

ICS 77.120.01
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 3254.6—1998

三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定

Antimony trioxide—Determination of selenium 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、方哈琛、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 硒量的测定

GB/T 3254.6—1998

Antimony trioxide—Determination of selenium content

1 范围

本标准规定了三氧化二锑中硒含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中硒含量的测定。测定范围：0.000 50%~0.040%。

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、过硫酸铵分解,加砷除去过量的过硫酸铵,用柠檬酸铵-草酸-三乙醇胺联合掩蔽主成分锑,以 Na₂EDTA 消除铅、铜、铁等杂质元素的干扰。硒(IV)与硒试剂生成的有色络合物,用甲苯萃取,于分光光度计波长 430 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 甲苯。
- 4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 4.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 4.5 盐酸(1+1)。
- 4.6 氨水(1+4)。
- 4.7 过硫酸铵溶液(200 g/L)。
- 4.8 硝酸银溶液(10 g/L)。
- 4.9 砷溶液(10 g/L):称取 1.32 g 三氧化二砷溶于 20 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)中,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 4.10 草酸溶液(50 g/L)。
- 4.11 柠檬酸三铵溶液(500 g/L)。
- 4.12 三乙醇胺(1+1)。
- 4.13 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(50 g/L)。

国家质量技术监督局 1998-07-15 批准

1999-02-01 实施