

ICS 77.120.01
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 3254.4—1998

三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定

Antimony trioxide—Determination of copper 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。

三氧化二锑化学分析方法
铜量的测定

GB/T 3254.4—1998

Antimony trioxide—Determination of copper content

1 范围

本标准规定了三氧化二锑中铜含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中铜含量的测定。测定范围:0.000 20%~0.005 0%。

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

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料用氢溴酸及盐酸溶解,蒸干,挥发除去绝大部分锑。在 pH8~10 氨性介质中,以酒石酸钾钠掩蔽干扰元素,双乙醛草酰二脘与铜生成稳定的紫色化合物,于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 乙醛(40%)。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.4 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

4.5 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

4.6 盐酸(1+1)。

4.7 硝酸(1+1)。

4.8 酒石酸钾钠溶液(400 g/L)。

4.9 双环己酮草酰二脘(BCO)溶液(2 g/L):称取 1.0 g BCO 置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 乙醇,200 mL 热水(60℃~80℃),搅拌溶解(若有未溶残渣,应加热溶解),冷却后,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.10 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铜置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(4.7)微热溶解后,煮沸 0.5 min,驱除氮的氧化物,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。