

三硫化二锑化学分析方法 第6部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of antimony trisulfide—
Part 6: Determination of iron content—
Neighbouring phenanthroline spectrophotometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
三硫化二锑化学分析方法
第6部分:铁量的测定
邻二氮杂菲分光光度法
YS/T 239.6—2010

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

书号: 155066·2-21496 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



YS/T 239.6—2010

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

5.2 试样应在 100 ℃~105 ℃烘 1 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铁的质量分数/%	试料/g	定容体积/mL	分取试液体积/mL	测定体积/mL
0.030~0.10	0.20	50.00	10.00	50.00
>0.10~0.20	0.20	50.00	5.00	50.00
>0.20~0.40	0.20	100.00	5.00	50.00

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 8 mL 盐酸(3.1),于电炉上微沸驱除硫化氢(保持体积 4 mL~5 mL),稍冷,加 1 mL 硝酸(3.2),加热溶解至清亮,煮沸驱除氮的氧化物。加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液(3.9),取下冷却至室温。按表 1 定容。

6.3.2 按表 1 移取试液置于 50 mL 容量瓶中,加入 25 mL 乙酸钠溶液(3.8),混匀。加入 2.0 mL 盐酸羟胺溶液(3.7)、2.0 mL 邻二氮杂菲溶液(3.6),混匀。置于沸水浴中 2 min,取下冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 移取部分试液(6.3.2)于 3 cm 比色皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

6.4 工作曲线绘制

6.4.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液(3.11)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(3.5),以水稀释至约 20 mL,加入 15 mL 乙酸钠溶液(3.8),以下按 6.3.2 进行。

6.4.2 移取部分溶液(6.4.1)于 3 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算铁的质量分数 w_{Fe} ,数值以 % 表示:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

前 言

YS/T 239《三硫化二锑化学分析方法》共有 7 个部分:

- 第 1 部分:锑量的测定 硫酸铈滴定法;
- 第 2 部分:化合硫量的测定 燃烧中和滴定法;
- 第 3 部分:游离硫量的测定 燃烧中和滴定法;
- 第 4 部分:王水不溶物的测定 重量法;
- 第 5 部分:砷量的测定 砷钼蓝分光光度法;
- 第 6 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 7 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 6 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分为新增部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位:锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分起草单位: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、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人:崔德海、宋应球、赵再英、陈宾娥、邹智、吴少波。