



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.8—2009  
代替 GB/T 3254.1—1998

## 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—  
Determination of antimony trioxide content—  
Iodine titration method

2009-04-08 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 3253《铈及三氧化二铈化学分析方法》共有 11 个部分：

- GB/T 3253. 1—2008 铈及三氧化二铈化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- GB/T 3253. 2—2008 铈及三氧化二铈化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- GB/T 3253. 3—2008 铈及三氧化二铈化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253. 4—2009 铈及三氧化二铈化学分析方法 铈中硫量的测定 燃烧中和法；
- GB/T 3253. 5—2008 铈及三氧化二铈化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253. 6—2008 铈及三氧化二铈化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253. 7—2009 铈及三氧化二铈化学分析方法 铋量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253. 8—2009 铈及三氧化二铈化学分析方法 三氧化二铈量的测定 碘量法；
- GB/T 3253. 9—2009 铈及三氧化二铈化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253. 10—2009 铈及三氧化二铈化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253. 11—2009 铈及三氧化二铈化学分析方法 铊量的测定 原子吸收光谱法。

本部分为第 8 部分。

本部分代替 GB/T 3254. 1—1998《三氧化二铈化学分析方法 三氧化二铈量的测定》。与 GB/T 3254. 1—1998 相比,本部分有如下变动:

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:锡矿山闪星铈业有限责任公司。

本部分参加起草单位:湖南有色金属研究院、广西华铈化工有限公司。

本部分主要起草人:宗屹、宋应球、李文梅、崔德海、庞文林、马柳军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3254. 1—1982、GB/T 3254. 1—1998。

## 铈及三氧化二铈化学分析方法 三氧化二铈量的测定 碘量法

### 1 范围

GB/T 3253 的本部分规定了三氧化二铈中三氧化二铈量的测定方法。

本部分适用于三氧化二铈中三氧化二铈量的测定。测定范围:99.00%~99.95%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 3253 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 3253. 1—2008 铈及三氧化二铈化学分析方法 铈量的测定 铈钼蓝分光光度法

### 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,以准确称取消耗碘标准溶液的质量,来计算三氧化二铈的质量分数。

三氧化二铈定量干扰测定,应对其进行独立测定后校正结果。

### 4 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

#### 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,加入 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

随同标定进行空白试验。

按 7.1 称取  $0.400\ 00\ g \pm 0.000\ 20\ g$  三氧化二铈(质量分数 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 7.4.2 进行。按式(1)计算碘标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m}{0.072\ 88 \times (m_1 - m_2 - m_3)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$ ——碘标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每千克(mol/kg);

$m$ ——三氧化二铈的质量,单位为克(g);

$m_1$ ——标定前,盛有碘标准滴定溶液(4.4)的称量滴定瓶的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——标定后,盛有剩余碘标准滴定溶液(4.4)的称量滴定瓶的质量,单位为克(g);

$m_3$ ——随同标定的空白试验溶液所消耗碘标准滴定溶液(4.4)的质量,单位为克(g);

0.072 88——与 1.000 0 g 碘标准滴定溶液 [ $c(I_2/2)=1.000 0 \text{ mol/kg}$ ] 相当的三氧化二锑的质量,单位为摩尔每千克(mol/kg)。

平行标定三份,所计算的消耗碘标准滴定溶液(4.4)浓度差值不超过 0.000 03 mol/kg 时,取其平均值。否则,重新标定。

4.5 淀粉指示剂(10 g/L):称取 1 g 可溶性淀粉,置于 250 mL 烧杯中,加入少量水调成糊状,在不断搅拌下加入 100 mL 沸水,静置,冷却。使用清液。

## 5 仪器

5.1 称量滴定瓶(约 100 mL),见图 1。

单位为毫米

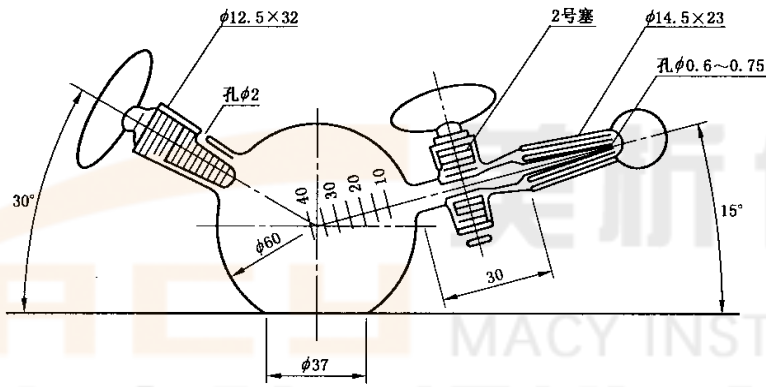


图 1 称量滴定瓶

5.2 分析天平,感量十万分之一。

5.3 电磁搅拌器。

## 6 试样

试样应在 100 °C~105 °C 烘 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取  $0.400 00 \text{ g} \pm 0.000 20 \text{ g}$  试样,称样时,使用约 2 mm 厚的耐温塑料制成中间具有一尺寸为 2 cm×4 cm 的凹槽小皿,试样加在小皿上称量。

### 7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.3 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 7.4 测定

7.4.1 试料(7.1)连同小皿一起移入 500 mL 锥形瓶中,用少量水润湿。在分析试料的同时,标定碘标准滴定溶液(4.4)。

7.4.2 加入 50 mL 酒石酸溶液(4.2),摇动试料,盖上表面皿,加热,在保持溶液微沸的状态下溶解 0.5 h,在溶解过程中摇动锥形瓶 2 次~3 次,取下,冷却至室温。

7.4.3 加入 20 mL 氢氧化钠溶液(4.3),中和大部分酒石酸,再加入碳酸氢钠(4.1)中和剩余的酒石酸至无明显的气体产生,并过量约 4 g,加入 40 mL 水,保持溶液温度在 15℃~40℃之间。加入 2 mL 淀粉指示剂(4.5)。

7.4.4 称量盛有碘标准滴定溶液(4.4)的称量滴定瓶的质量,装于盛有试料溶液的锥形瓶口上,在不断搅拌下,用碘标准滴定溶液(4.4)滴定至溶液呈稳定的紫蓝色为终点。再称量盛有剩余碘标准滴定溶液(4.4)的称量滴定瓶的质量,两次称量结果之差即为碘标准滴定溶液(4.4)的消耗量。

7.4.5 按照 GB/T 3253.1—2008 测定砷含量并校正结果。

## 8 分析结果的计算

三氧化二锑含量以三氧化二锑的质量分数  $w(\text{Sb}_2\text{O}_3)$  计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w(\text{Sb}_2\text{O}_3) = \frac{c \cdot (m_4 - m_5 - m_6) \times 0.07288}{m_0} \times 100 - w(\text{As}) \times 1.945 \quad \dots\dots(2)$$

式中:

$c$ ——碘标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每千克(mol/kg);

$m_0$ ——三氧化二锑的质量,单位为克(g);

$m_4$ ——测定前盛有碘标准滴定溶液(4.4)的称量滴定瓶的质量,单位为克(g);

$m_5$ ——测定后盛有剩余碘标准滴定溶液(4.4)称量滴定瓶的质量,单位为克(g);

$m_6$ ——测定时,滴定随同试料的空白试验溶液所消耗的碘标准滴定溶液(4.4)的质量,单位为克(g);

0.07288——与 1.0000 g 碘标准滴定溶液 [ $c(\text{I}_2/2) = 1.0000 \text{ mol/kg}$ ] 相当的三氧化二锑的质量,单位为摩尔每千克(mol/kg);

1.945——砷换算为三氧化二锑的系数;

$w(\text{As})$ ——砷的质量分数,数值以%表示。

所得结果表示至二位小数。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限

$w(\text{Sb}_2\text{O}_3)/\%$	99.02	99.52	99.92
$r/\%$	0.15	0.10	0.08
重复性( $r$ )为 2.83 $S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。			

### 9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 再现性限

$w(\text{Sb}_2\text{O}_3)/\%$	99.02	99.52	99.92
$R/\%$	0.27	0.16	0.10
再现性( $R$ )为 2.83 $S_R$ , $S_R$ 为再现性标准差。			

10 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

---