

ICS 77.120.99
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.5—2000

锡化学分析方法 锑量的测定

Methods for chemical analysis of tin—
Determination of antimony content

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 3260.5—1982《锡化学分析方法 孔雀绿光度法测定锑》的重新确认,只进行编辑性修改。

本标准遵守:

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 3260.5—1982。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由云南锡业公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由柳州华锡集团有限责任公司柳州冶炼厂起草。

本标准主要起草人:李志芳、王寿来、陈旭峰。

中华人民共和国国家标准

锡化学分析方法 锑量的测定

GB/T 3260.5—2000

Methods for chemical analysis of tin— Determination of antimony content

代替 GB/T 3260.5—1982

1 范围

本标准规定了锡中锑含量的测定方法。

本标准适用于锡中锑含量的测定。测定范围:0.000 50%~0.050%。

2 方法提要

试料以盐酸、过氧化氢分解,在盐酸介质中,锑的络阴离子与孔雀绿作用,所生成的绿色络合物被苯萃取,于分光光度计波长 635 nm 处测量其吸光度。

在被萃取溶液中共含有 400 mg 锡,0.1 mg 铜,1 μg 金、铊各不干扰测定。

3 试剂

3.1 无水硫酸钠。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 过氧化氢(30%)。

3.4 苯。

3.5 盐酸(5+3)。

3.6 磷酸(1+9)。

3.7 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加 20 mL 盐酸(3.2),温热溶解,稍冷,用水稀释至 100 mL。

3.8 亚硝酸钠溶液(140 g/L)。

3.9 尿素溶液(400 g/L)。

3.10 孔雀绿溶液(2 g/L)。

3.11 锑标准贮存溶液:称取 0.274 2 g 酒石酸锑钾($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(3.5),搅拌溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(3.5)洗净烧杯并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锑。

3.12 锑标准溶液:移取 25.00 mL 锑标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 锑。

4 分析步骤

4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。