

中华人民共和国国家标准

粗铅化学分析方法 5-Br-PADAP光度法测定锑量

UDC 669.4.015.3
·543.42·546
.86
GB 5119.4—85

Methods for chemical analysis of crude lead
The 5-Br-PADAP photometric method for the
determination of antimony content

本标准适用于粗铅中锑量的测定。测定范围：0.10~1.00%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硝酸-酒石酸溶解，加入硫酸使铅生成硫酸铅沉淀分离于水相，在0.08N硫酸溶液中，用乳化剂OP作增溶剂，加碘化钾及5-Br-PADAP与锑生成蓝绿色三元络合物，于分光光度计波长610nm处测量其吸光度。

在测定溶液中含铜、铁各0.5mg，金、银、铋、锌各0.1mg以及0.15mg砷、0.03mg锡不干扰测定。

2 试剂

2.1 溶样酸：100ml硝酸（1+2）中含1g酒石酸。

2.2 硫酸（5N）。

2.3 硫酸（0.4N）。

2.4 硫脲-碘化钾混合溶液：称取4g硫脲、25g碘化钾溶于60ml水中，并用水稀释至100ml，混匀。

2.5 2-(5-溴-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚（5-Br-PADAP）乙醇溶液（0.02%）：称取0.200g 5-Br-PADAP ($C_{15}H_{17}N_4OBr$)，置于800ml烧杯中，加入500ml无水乙醇溶解，移入1000ml容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，混匀。

2.6 聚乙二醇辛基苯基醚（OP）溶液（4%）：量取40ml OP，用水稀释至1000ml，混匀。

2.7 混合显色剂：将5-Br-PADAP乙醇溶液（2.5）与OP溶液（2.6）等体积混合。

2.8 铅溶液：称取5.00g纯铅（99.9%以上），置于200ml烧杯中，加入50ml硝酸（1+2）于低温电热板上加热至溶解完全，冷却后移入1000ml容量瓶中，用硝酸（1+2）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含50mg铅。

2.9 锑标准贮存溶液：称取0.1000g锑（99.9%以上），置于250ml烧杯中，加入20ml硫酸（比重1.84），加热至溶解完全，取下冷却，加入80ml水，冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，以硫酸（1+4）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100 μ g锑。

2.10 锑标准溶液：移取25.00ml锑标准贮存溶液（2.9），置于100ml烧杯中，加热蒸发至冒尽硫酸烟，取下冷却，加入10ml溶样酸（2.1）、5ml铅溶液（2.8），于低温电热板上蒸至2~3ml，移至水浴上蒸干，加入20ml硫酸（2.2），加热煮沸10min，取下冷却，移入250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。于过滤于另一个干燥的容量瓶中。此溶液1ml含10 μ g锑。

3 分析步骤

3.1 测定数量

称取二份试样进行测定，取其平均值。

3.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

锑量，%	试样量，g
0.100~0.400	1.0000
0.400~1.00	0.4000

3.3 空白试验

随同试样做空白。

3.4 测定

3.4.1 将试样(3.2)置于100ml烧杯中，加入20ml溶样酸(2.1)，在低温电热板上加热，待溶解完全，蒸至2~3ml，移至水浴上蒸干。加入40ml硫酸(2.2)，煮沸10min，取下冷却，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置澄清。移取5.00ml上层清液，置于25ml比色管中。

3.4.2 加入5.0ml硫脲-碘化钾混合溶液(2.4)，混匀。加入10.0ml混合显色剂(2.7)，用水稀释至刻度，混匀。

3.4.3 将部分溶液移入1cm比色皿中，以随同试样的空白为参比，于分光光度计波长610nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锑量。

3.5 工作曲线的绘制

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml锑标准溶液(2.10)，置于一组25ml比色管中，不足5ml者用硫酸(2.3)补足。以下按3.4.2款进行。将部分溶液移入1cm比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长610nm处测量其吸光度，以锑量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4 分析结果的计算

按下式计算锑的百分含量：

$$\text{Sb} (\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的锑量，g；

V ——试液总体积，ml；

V_1 ——分取试液体积，ml；

m ——试样量，g。

5 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

锑量	允 许 差 %
0.10~0.30	0.03
0.30~0.60	0.06
0.60~1.0	0.08

附加说明：

本标准由有色金属工业总公司提出。

本标准由湖南冶金研究所负责起草。

本标准由湖南冶金研究所起草。

本标准主要起草人莫予彬、黄惠霞。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 739—70《粗铅化学分析方法》作废。