中华人民共和国国家标准

UDC 669.4.015.3
:543.42:546
.811
GB 5119.2—85

粗铅化学分析方法 邻苯二酚紫光度法测定锡量

**Methods for chemical analysis of crude lead
The pyrocatechol violet photometric method
for the determination of tin content**

本标准适用于粗铅中锡量的测定。测定范围：0.010～0.10%。

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

用硝酸－柠檬酸溶解试样，在0.15N硝酸-2.5%柠檬酸介质中，锡与邻苯二酚紫生成络合物，于分光光度计波长670nm处测量其吸光度。

在测定溶液中，200mg铅、5mg锑及粗铅中其他杂质均不干扰测定。

2 试剂

2.1 溶样酸：100ml硝酸（1 + 2）中，含有5g柠檬酸。

2.2 氢氧化铵（1 + 2）。

2.3 混合酸：100ml硝酸（1 + 9）中，含有5g柠檬酸。

2.4 柠檬酸溶液（20%）。

2.5 抗坏血酸溶液（2%）：用时现配。

2.6 邻苯二酚紫（PV）溶液（0.02%）。

2.7 溴化十六烷基三甲基铵（CTAB）溶液（0.03%）：称取0.03gCTAB，置于200ml烧杯中，加50ml热水，溶解后，冷却，用水稀释至100ml。温度低时有沉淀析出，加热溶解后可继续使用。

2.8 麝香草酚蓝溶液（0.1%）：0.1g麝香草酚蓝溶于乙醇（1 + 1）中。

2.9 锡标准贮存溶液：称取0.2500g纯锡（99.9%以上），置于250ml烧杯中，加入5ml盐酸(1 + 1)及少量过氧化氢（30%）溶解，移入500ml容量瓶中，加10g柠檬酸、50ml硝酸（比重1.42），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.5mg锡。

2.10 锡标准溶液：移取5.00ml锡标准贮存溶液（2.9），置于500ml容量瓶中，用混合酸（2.3）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5μg锡。

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。

国家标准局1985-04-24发布　　1986-02-01实施

表 1

锡量，%	试样量，g
0.01～0.04	1.0000
0.04～0.10	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200ml烧杯中，加入20ml溶样酸（2.1），盖上表皿，在低温处溶解至清亮，加热赶尽氮的氧化物。

3.4.2 用水吹洗表皿及杯壁，冷却至室温，移入100ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移取10.00ml试液，置于50ml比色管中。

3.4.3 加1滴麝香草酚蓝溶液（2.8），用氢氧化铵（2.2）调节至溶液红色褪去，加入5ml混合酸（2.3）、5ml柠檬酸溶液（2.4），混匀。

3.4.4 加入5ml抗坏血酸溶液（2.5）、5mlPV溶液（2.6）、5ml CTAB溶液(2.7)，以水稀释至刻度，混匀，放置15min。

3.4.5 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670nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锡量。

3.5 工作曲线的绘制

移取0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00ml锡标准溶液（2.10），置于一组50ml比色管中，用水稀释至10ml，以下按3.4.3～3.4.4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670nm处测量其吸光度。以锡量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4 分析结果的计算

按下式计算锡的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的锡量，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

%

锡　量	允 许 差
0.010～0.030	0.005
0.03～0.06	0.01
0.06～0.10	0.02

附加说明：

本标准由中国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。

本标准主要起草人刘底新、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。