



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.5—2013
代替 GB/T 3260.5—2000

锡化学分析方法 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法

Methods for chemical analysis of tin—
Part 5: Determination of antimony content—
The malachite green photometric method

2013-12-17 发布

2014-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 3260.5—2000《锡化学分析方法 锑量的测定》的修订，本部分与 GB/T 3260.5—2000 相比，主要技术内容有如下变化：

- 将萃取剂由苯改为甲苯；
- 对文本格式进行了修改；
- 增加了重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位：广西华锡集团股份有限公司、昆明冶金研究院。

本部分参加起草单位：大冶有色股份有限公司、湖南郴州云湘矿冶有限责任公司。

本部分主要起草人：黄旭、黄小美、刘维理、李蓉、韦珍艳、覃祚明、陈兰、李玉琴、杨赞金、吴有成、冷腊春、肖跃勇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3260.5—1982；
- GB/T 3260.5—2000。

锡化学分析方法

第5部分：铈量的测定

孔雀绿分光光度法

1 范围

GB/T 3260 的本部分规定了锡中铈量的孔雀绿分光光度测定方法。
本部分适用于锡中铈量的测定。测定范围为 0.000 50%~0.050 0%。

2 方法提要

试料经盐酸及过氧化氢溶解,在盐酸介质中,铈的络阴离子与孔雀绿生成绿色配合物,被甲苯萃取,于分光光度计波长 635 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 甲苯。

3.4 盐酸(5+3)。

3.5 磷酸(1+9)。

3.6 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),加热溶解,冷却,用水稀释至 100 mL。

3.7 亚硝酸钠溶液(140 g/L)。

3.8 尿素溶液(400 g/L)。

3.9 孔雀绿溶液(2 g/L)。

3.10 无水硫酸钠。

3.11 铈标准贮存溶液:称取 0.274 2 g 酒石酸铈钾($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(3.4),搅拌溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(3.4)洗净烧杯并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铈。

3.12 铈标准溶液:移取 25.00 mL 铈标准贮存溶液(3.11)于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铈。

4 分析步骤

4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。