



中华人民共和国国家标准

GB/T 23274.5—2009

二氧化锡化学分析方法 第5部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法

Methods for chemical analysis of stannic oxide—
Part 5: Determination of antimony content—
Malachite green photometric method

2009-01-05 发布

2009-11-01 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 23274—2009《二氧化锡化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：二氧化锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铅、铜量的测定 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：硫酸盐的测定 目视比浊法；
- 第 7 部分：盐酸可溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：灼烧失重的测定 重量法。

本部分为第 5 部分。

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。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由柳州华锡集团有限责任公司起草。

本部分由云南锡业集团有限责任公司、云南红河出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人：林文霜、罗佩珍、叶素娟、陈林、江寨伸、苏焰、沈青、胡昱炜。

二氧化锡化学分析方法

第5部分:铈量的测定

孔雀绿分光光度法

1 范围

GB/T 23274 的本部分规定了二氧化锡中铈含量的测定方法。

本部分适用于二氧化锡中铈含量的测定,测定范围为 0.000 50%~0.050%。

2 方法原理

试料以氢氧化钠熔融、水浸出、盐酸酸化,在盐酸介质中,用苯萃取铈络阴离子与孔雀绿生成的绿色络合物,于分光光度计波长 635 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

试验用水为三级蒸馏水。

3.1 无水硫酸钠。

3.2 氢氧化钠。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 苯。

3.5 盐酸(1+4)。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 磷酸(1+5)。

3.8 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(3.3),温热溶解,稍冷,用水稀释至 100 mL,加纯锡(锡的质量分数 99.999%)数粒。

3.9 亚硝酸钠溶液(140 g/L)。

3.10 尿素溶液(400 g/L)。

3.11 孔雀绿溶液(2 g/L)。

3.12 铈标准贮存溶液:称取 0.164 5 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(3.5),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 60 μg 铈。

3.13 铈标准溶液:移取 25.00 mL 铈标准贮存溶液(3.12)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 3 μg 铈。

4 试样

试样需密封包装。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样(m),精确至 0.000 1 g。