

中华人民共和国国家标准

黄铜化学分析方法
锡-十六烷基三甲基溴化铵-
苯荧光酮三元络合物
光度法测定锡量

UDC 669.35'5:543.42
:546.811

GB 5122.15—85

Methods for chemical analysis of brass
The tin-cetyltrimethylammonium bromide
-phenylfluorone ternary complex photometric
method for the determination of tin content

本标准适用于黄铜中锡量的测定。测定范围：0.05~0.50%。

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

试样用硫酸和硝酸分解，稀释至一定体积后，分取部分试液（此时如有硫酸铅沉淀，于过滤后再分取），于1 N硫酸溶液中，在催化剂的存在下，以十六烷基三甲基溴化铵及苯荧光酮发色，于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。铁的干扰用抗坏血酸消除；锑的干扰用柠檬酸消除。

2 试剂

- 2.1 硫酸（1+1）。
- 2.2 硫酸（10N）。
- 2.3 硝酸（1+1）。
- 2.4 高锰酸钾溶液（1%）。
- 2.5 抗坏血酸溶液（2.5%）。
- 2.6 柠檬酸溶液（10%）。
- 2.7 草酸（ $\text{COOH} \cdot \text{COOH} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶液（0.07%）。
- 2.8 十六烷基三甲基溴化铵（简称CTMAB）溶液（1%）：用热水溶解。
- 2.9 苯荧光酮溶液（0.03%）：称取0.15g试剂，加入250ml无水乙醇和25ml硫酸（1+6）使其溶解，放置一天，过滤于500ml棕色容量瓶中，以无水乙醇稀释至刻度，混匀。
- 2.10 锡标准贮存溶液：称取0.1000g纯锡（纯度99.9%以上），加入5ml硫酸（比重1.84），加热溶解并蒸发至冒三氧化硫白烟，冷却，加入50ml硫酸（1+9），加热溶解盐类，冷却，用硫酸（1+9）洗入1000ml容量瓶中，并用硫酸（1+9）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg锡。
- 2.11 锡标准溶液：移取25.00ml锡标准贮存溶液（2.10）于500ml容量瓶中，用硫酸（1N）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5μg锡。

3 仪器

分光光度计。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

锡 量, %	试 样 量, g	分 取 比
0.05~0.15	0.3000	5/100
0.15~0.30	0.3000	5/200
0.30~0.50	0.2000	5/250

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样 (4.1) 置于 200 ml 烧杯中, 加入 5 ml 硫酸 (2.1)、3 ml 硝酸 (2.3), 盖上表皿, 加热使其溶解, 除去氮的氧化物, 冷却至室温, 按表 1 移入相应的容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此时若有硫酸铅沉淀则应干过滤于 200 ml 烧杯中。

4.3.2 移取 5.00 ml 溶液于 50 ml 容量瓶中, 加入 5 ml 硫酸 (2.2)、3 滴高锰酸钾溶液 (2.4)、5 ml 抗坏血酸溶液 (2.5)、5 ml 柠檬酸溶液 (2.6)、5 ml 草酸溶液 (2.7)、5 ml CTMAB 溶液 (2.8)、4 ml 苯荧光酮溶液 (2.9), 每加入一种试剂均须混匀。用水稀释至刻度。混匀。

4.3.3 移取部分溶液于 1 cm 比色皿中, 以随同试样的空白为参比, 于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的锡量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 锡标准溶液 (2.11) 分别置于一组 50 ml 容量瓶中, 以下按 4.3.2 中加入 5 ml 硫酸 (2.2) 开始至 4.3.3 为止, 以试剂空白为参比。以锡量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算锡的百分含量:

$$S n(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锡量, μg ;

V_0 ——试液总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

m_0 ——试样量, g。

6 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
0.05~0.10	0.010
>0.10~0.30	0.015
>0.30~0.50	0.025

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北铜加工厂负责起草。

本标准由西北铜加工厂研究所起草。

本标准主要起草人李继和。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 54—76《黄铜化学分析方法》作废。