



中华人民共和国国家标准

GB/T 8220.10—1998

铋 化 学 分 析 方 法 铍共沉淀-分光光度法测定锡量

Methods for chemical analysis of bismuth
—Determination of tin content—
Coprecipitation with beryllium-photometric method

1998-08-19 发布

1999-03-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 915—1995《铋》附录 F 的修订。修订时将原有机萃取分离改为共沉淀分离,简化了分析步骤。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 915—1995《铋》附录 F。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人:王锡仁、钟鸣。

中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法 铍共沉淀-分光光度法测定锡量

GB/T 8220.10—1998

Methods for chemical analysis of bismuth
—Determination of tin content—
Coprecipitation with beryllium-photometric method

1 范围

本标准规定了铋中锡量的测定方法。

本标准适用于铋中锡量的测定。测定范围：0.000 1%~0.000 5%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解。在 EDTA 存在下，于氨性介质中，用硫酸铍作载体，沉淀锡与主体铋分离。在 0.5 mol/L 硫酸溶液中，Sn(IV) 与苯芴酮-溴代十六烷基三甲胺形成的三元络合物，在分光光度计波长 508 nm 处进行光度测定。

3 试剂

制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.3 硫酸铍溶液(20 g/L)。

3.4 乙二胺四乙酸二钠溶液(300 g/L)：称取 300 g 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$)于 1 000 mL 烧杯中，加水约 800 mL，用氨水(3.2)调至完全溶解，用水稀释至 1 000 mL。

3.5 氨水洗液(2+100)。

3.6 硫酸溶液(5 mol/L)。

3.7 酒石酸溶液(50 g/L)。

3.8 高锰酸钾溶液(20 g/L)。

3.9 抗坏血酸溶液(50 g/L)，用时现配。

3.10 草酸溶液(0.05 mol/L)。

3.11 溴代十六烷基三甲胺(CTAB 6 g/L)：称取 6 g CTAB 于 1 000 mL 水中，微热溶解。

3.12 苯芴酮溶液：称取 0.15 g 苯芴酮于 500 mL 无水乙醇中，加 5 mL 硫酸溶液(3.6)，摇动使其溶解，2 天后使用。如有不溶残渣，过滤后使用。

3.13 锡标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锡($\geq 99.95\%$)于 200 mL 烧杯中，加入 10 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)，加热使其溶解，蒸发至冒三氧化硫白烟，冷却，用约 10 mL 水小心地洗杯壁，用硫酸溶液(3.6)移入 500 mL 容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 锡。

3.14 锡标准溶液：移取 10.00 mL 锡标准贮存溶液(3.13)于 1 000 mL 容量瓶中，用硫酸溶液(3.6)稀

国家质量技术监督局 1998-08-19 批准

1999-03-01 实施

释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 锡。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 2.000 g 试样。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 8 mL 硝酸(3.1),于低温处使试料溶解完全,加热煮沸驱除氮的氧化物,取下,用水吹洗表皿及杯壁。

5.3.2 加入 10 mL 硫酸铍溶液(3.3)、14 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.4),用水稀释至体积约 100 mL,搅匀。在电炉上加热至约 80℃,取下。用氨水(3.2)中和至出现氢氧化铍沉淀,再过量 3 mL,加热至沸,在经常摇动下冷至室温,用中速滤纸过滤。用氨水洗液(3.5)洗烧杯 4 次,洗滤纸 5~6 次,再用水洗滤纸 1 次。

5.3.3 用 5~10 mL 热的硫酸溶液(3.6)分次将沉淀溶解于原烧杯中,再用热水洗滤纸 3~4 次。

5.3.4 试液于电热板上蒸发至冒三氧化硫白烟,加数滴硝酸(3.1)除碳,继续加热蒸发至白烟冒尽。取下,冷却。加 5 mL 硫酸溶液(3.6),于电炉低温处,在经常摇动下使盐类溶解,稍冷,加 5 mL 酒石酸溶液(3.7),用水移入 50 mL 容量瓶中,控制体积约 25 mL。

5.3.5 加 1~2 滴高锰酸钾溶液(3.8),放置 1~2 min,加入 1 mL 抗坏血酸溶液(3.9)、0.5 mL 草酸溶液(3.10),每加一种试剂均需混匀。加 5 mL CTAB(3.11)、2.5 mL 苯茚酮溶液(3.12),用水稀释至刻度,混匀,在室温(15~25℃)下放置 10 min。

5.3.6 将部分试液移入 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长 508 nm 处测量其吸光度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 锡标准溶液(3.14)分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加硫酸溶液(3.6)至 5 mL,加 5 mL 酒石酸溶液(3.7),用水稀释至 25 mL,以下按 5.3.5 进行。

5.4.2 将部分试液移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 508 nm 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。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算锡的百分含量:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锡量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

分析结果应保留 2 位有效数字。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

GB/T 8220.10—1998

%

锡 量	允 许 差
0.000 10~0.000 30	0.000 05
>0.000 3~0.000 5	0.000 1

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铋 化 学 分 析 方 法
铋共沉淀-分光光度法测定锡量

GB/T 8220.10—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1999年2月第一版 1999年2月第一次印刷
印数 1—800

*

书号: 155066·1-15504 定价 8.00 元

*

标 目 364—39



GB/T 8220.10—1998