



中华人民共和国国家标准

GB/T 23278.5—2009

锡酸钠化学分析方法 第5部分:锑量的测定 孔雀绿分光光度法

Methods for chemical analysis of sodium stannate—
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 23278《锡酸钠化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：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：铅量的测定 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：游离碱的测定 中和滴定法；
- 第 7 部分：碱不溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：硝酸盐含量的测定 离子选择电极法。

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。

锡酸钠化学分析方法

第5部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法

1 范围

GB/T 23278 的本部分规定了锡酸钠中锑含量的测定方法。

本部分适用于锡酸钠中锑含量的测定，测定范围为 0.000 2%~0.050%。

2 方法提要

试料以盐酸溶解，在盐酸介质中，用苯萃取锑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

除非另有说明，本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

3.1 无水硫酸钠。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 苯。

3.4 盐酸(1+4)。

3.5 盐酸(1+9)。

3.6 磷酸(1+5)。

3.7 氯化亚锡(100 g/L)：称取 10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，加 2 mL 盐酸(3.2)，温热溶解，稍冷，用水稀释至 100 mL，加纯锡(99.999%)数粒。

3.8 亚硝酸钠溶液(140 g/L)。

3.9 尿素溶液(400 g/L)。

3.10 孔雀绿溶液(2 g/L)。

3.11 锑标准贮存溶液：称取 0.164 5 g 酒石酸锑钾($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$)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 60 μg 锑。

3.12 锑标准溶液：移取 25.00 mL 锑标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，用盐酸(3.4)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 3 μg 锑。

4 试样

试样需密封包装。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.000 2 g。