

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 36.2—2011
代替 YS/T 36.2—1992

高纯锡化学分析方法 第 2 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法

Methods for chemical analysis of high-purity Tin—
Part 2: Determination of antimony content—
Malachite green spectrophotometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 36《高纯锡化学分析方法》共包括 3 个部分：

——第 1 部分：砷量的测定 砷斑法；

——第 2 部分：铈量的测定 孔雀绿分光光度法；

——第 3 部分：镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、钢、金、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 36 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 36.2—1992《高纯锡化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定铈量》，与 YS/T 36.2—1992 相比，主要有如下变动：

——修改部分试剂的配制过程；

——补充了精密度、质量保证和控制条款；

——补充了“试验报告”要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分起草单位：峨嵋半导体材料厂。

本部分参与起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分主要起草人：唐云博、金智宏、朱小峰、黄小梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 36.2—1992。

高纯锡化学分析方法

第2部分:铈量的测定

孔雀绿分光光度法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 36 的本部分规定了高纯锡中铈含量的测定方法。

本部分适用于高纯锡中铈含量的测定。测定范围:0.000 03%~0.000 15%。

2 方法提要

试料以硫酸加少量硝酸溶解。在盐酸介质中铈的络合阴离子与孔雀绿作用,生成绿色络合物,用苯萃取,于分光光度计波长 635 nm 处测其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。实验所用器皿均用硝酸溶液(1+19)充分浸泡后用水彻底清洗干净。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.43$ g/mL)。

3.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.4 苯,分析纯。

3.5 盐酸(2+1)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 硫酸(1+9)。

3.8 二氯化锡(100 g/L):称取 1.0 g 二氯化锡,溶于 5 mL 热盐酸(3.1)中,加入 5 mL 水,混匀。现用现配。

3.9 亚硝酸钠溶液(100 g/L):称取 10 g 亚硝酸钠溶于 100 mL 水中,混匀。

3.10 尿素饱和溶液:将尿素溶于 50 mL 热水中,直到尿素不再溶解为止。

3.11 孔雀绿溶液(1 g/L):称取 0.1 g 孔雀绿溶于 100 mL 水中,过滤后使用。

3.12 铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 铈($w_{\text{Sb}} \geq 99.999\%$)置于 50 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(3.3),加热溶解,取下冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铈 100 μg 。

3.13 铈标准溶液:移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液(3.12),于 100 mL 容量瓶中,用硫酸(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铈 10 μg 。