



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.10—2004
代替 GB/T 12689.6—1990

锌及锌合金化学分析方法 锡量的测定 苯芴酮-溴化十六烷 基三甲胺分光光度法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys
—The determination of tin content
—The phenylfluorone-cetyltrimethylammonium bromide
spectrophotometric method

2004-04-30 发布

2004-10-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锌及锌合金化学分析方法
锡量的测定 苯芴酮-溴化十六烷
基三甲胺分光光度法
GB/T 12689.10—2004

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.bzcbs.com>

电话:63787337、63787447

2004年7月第一版 2005年1月电子版制作

*

书号: 155066·1-21232

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 10 部分。

本部分是对 GB/T 12689.6—1990《锌及锌合金化学分析方法 苯芴酮-溴化十六烷基三甲胺分光光度法测定锡量》的修订。

本部分与 GB/T 12689.6—1990 相比,主要发生了如下变动:

——对文本格式进行了修改,补充了精密度与质量保证和控制条款;

——测定范围由 0.000 5%~0.1%修改为 0.000 1%~0.100%;在显色溶液中,当锡量大于 30 μg 时,增加了乙酸乙酯萃取分离消除铈的干扰。

本部分代替 GB/T 12689.6—1990。

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。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂起草。

本部分由葫芦岛有色集团公司、白银公司西北铅锌冶炼厂、株洲冶炼集团公司、水口山有色金属公司参加起草。

本部分主要起草人:廖述纯、刘彻、邓志辉。

本部分主要验证人:戴瑶、石镇泰、彭新湘、鲁春艳。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 473—1976;

——GB/T 12689.6—1990。

锌及锌合金化学分析方法

锡量的测定 苯芴酮-溴化十六烷基三甲胺分光光度法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中锡含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中锡含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.100%。

2 方法原理

试料用硫酸与过氧化氢溶解,冒烟除去过氧化氢,在 0.6 mol/L 的硫酸介质中,锡(IV)与苯芴酮-溴化十六烷基三甲胺生成有色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

铁(III)、小于 30 μg 铈(III)的干扰,加入酒石酸、高锰酸钾和抗坏血酸消除;锆(IV)小于 0.5 μg 时不干扰测定;在显色溶液中,当铈量大于 30 μg 时,在稀硫酸、酒石酸、硫氰酸铵介质中,用乙酸乙酯萃取锡的硫氰酸络合物,使锡与铈分离,用硫酸与硝酸破坏有机相,再用苯芴酮-溴化十六烷基三甲胺分光光度法测定锡量。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 乙酸乙酯。

3.1.2 过氧化氢(30%)。

3.1.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。

3.1.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 溶液

3.2.1 硫酸(1+1)。

3.2.2 硫酸(1+19)。

3.2.3 硫酸(5 mol/L)。

3.2.4 酒石酸溶液(50 g/L)。

3.2.5 硫氰酸铵溶液(500 g/L)。

3.2.6 氢氧化钠溶液(100 g/L),优级纯。

3.2.7 高锰酸钾溶液(10 g/L)。

3.2.8 抗坏血酸溶液(20 g/L):每 100 mL 抗坏血酸溶液中加入 5 滴硫酸(3.2.3),混匀,用时现配。

3.2.9 苯芴酮乙醇溶液(0.3 g/L):称取 0.06 g 苯芴酮,溶于 195 mL 乙醇和 5 mL 硫酸(3.2.3)中,混匀,贮存于棕色瓶中。

3.2.10 溴化十六烷基三甲胺乙醇溶液(10 g/L):称取 1 g 溴化十六烷基三甲基胺,溶于 100 mL 乙醇中。

3.3 标准溶液

3.3.1 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡(\geq 99.99%)于 300 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(3.1.3),高温加热溶解完全,取下冷却,用硫酸(3.2.3)移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锡。

3.3.2 锡标准溶液:移取 5.00 mL 锡标准贮存溶液(3.3.1)于 500 mL 容量瓶中,用硫酸(3.2.2)稀释