

铜及铜合金化学分析方法 锑量的测定

Copper and copper alloys—Determination of antimony content

代替 GB 5121.12—85
GB 5122.17—85
GB 6520.4—86
GB 8002.8—87
GB 8550.14—87

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中锑含量的测量方法。

本标准适用于铜及铜合金中锑含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.070%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料用混合酸溶解，硫酸冒烟并蒸发至近干。在盐酸介质中，五价锑的络阴离子与结晶紫所生成的络合物，用甲苯萃取，于分光光度计波长 610 nm 处测量吸光度。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 甲苯。

4.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

4.4 混合酸：1 单位体积盐酸(ρ 1.19 g/mL)与 1 单位体积硝酸(ρ 1.42 g/mL)混合。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 硫酸(1+1)。

4.7 磷酸(1+1)。

4.8 氯化亚锡溶液(100 g/L)：称取 10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，置于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 盐酸(4.5)，微热溶解。用时现配。

4.9 亚硝酸钠溶液(100 g/L)，用时现配。

4.10 脲溶液(500 g/L)。

4.11 结晶紫溶液(2 g/L)。

4.12 锑标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯锑于 150 mL 烧杯中，加入 20 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)，加热至完全溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中。加入 160 mL 硫酸(4.6)，冷却，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锑。

4.13 锑标准溶液：移取 5.00 mL 锑标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中，用盐酸(4.5)稀释到刻度，混

匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铈。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

铈含量, %	试料量, g	稀释体积, mL
0.001 0~0.005 0	0.500	
>0.005 0~0.010	0.250	
>0.010~0.025	0.500	50
>0.025~0.050	0.250	50
>0.050~0.25	0.250	100

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 混合酸,微热溶解(分析硅青铜、硅黄铜时,加入 4~5 滴氢氟酸),加入 5 mL 硫酸,混匀。低温加热至冒白烟,并蒸至近干(保持潮湿)。稍冷,加入 10 mL 盐酸,溶解盐类。

对铈含量大于 0.010% 的试料,按表 1 将溶液移入容量瓶中,用盐酸洗涤烧杯,洗液并入容量瓶中,用盐酸稀释至刻度,混匀,移取 10.00 mL 置于原烧杯中。

6.3.2 将溶液温热,在摇动下,加 0.8 mL 氯化亚锡溶液,混匀,放置 2 min,冷却。将溶液移入 125 mL 分液漏斗中,用 10 mL 盐酸分次洗涤烧杯,洗液并入分液漏斗中。

6.3.3 向分液漏斗中加入 4 mL 磷酸,混匀,加入 2 mL 亚硝酸钠溶液,摇动 2 min,加入 0.5 mL 脲溶液。摇动 30 s,立即沿分液漏斗内壁加溶 50 mL 水,并迅速加入 0.5 mL 结晶紫溶液及 25.0 mL 甲苯,盖紧塞子,剧烈振荡 1 min,弃去水相,有机相移入预先加有 0.3~1 g 无水碳酸钠的 25 mL 干燥的容量瓶中,盖好塞子,摇动数次。

6.3.4 将部分溶液移入 1 cm 吸收皿中,以甲苯为参比,于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度。

6.3.5 减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铈量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 铈标准溶液,置于一组 100 mL 烧杯中,用盐酸稀释至刻度,以下按 6.3.2~6.3.4 条进行。

6.4.2 减去试剂空白的吸光度,以铈量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铈的百分含量:

$$\text{Sb}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锑量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至 3 位小数。若锑含量小于 0.010% 时, 表示至 4 位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

锑 含 量	允 许 差
0.001 0~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.010	0.001 0
>0.010~0.020	0.002
>0.020~0.040	0.004
>0.040~0.070	0.010

美析仪器
MACY MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686