

金属锡中标准系列溶液比较定量检测方案(紫外分光光度)

锡——苯芴酮比色法

苯芴酮比色法原理

试样经消化后，在弱酸性溶液中四价锡离子与苯芴酮形成微溶性橙红色络合物，在保护性胶体存在下与标准系列溶液比较定量。

试剂和材料

注：除特别注明外，本方法所使用试剂均为分析纯，水为 GB/T6682 规定的三级水。

10.1 试剂

10.1.1 酒石酸 (C₄H₄O₆H₂)。

10.1.2 抗坏血酸 (C₅H₈O₆)。

10.1.3 酚酞 (C₂₀H₁₄O₄)。

10.1.4 氨水 (NH₄OH)。

10.1.5 硫酸 (H₂SO₄)。

10.1.6 乙醇 (C₂H₅OH)。

10.1.7 甲醇 (CH₃OH)。

10.1.8 苯芴酮 (C₁₉H₁₂O₅)。

10.1.9 动物胶 (明胶)。

10.2 试剂配制

10.2.1 酒石酸溶液 (100g/L)：称取 100g 酒石酸溶于 1L 水中。

10.2.2 抗坏血酸溶液 (10.0g/L)：称取 10.0g 抗坏血酸溶于 1L 水，临用时配制。

10.2.3 动物胶溶液 (5.0g/L)：称取 5.0g 动物胶溶于 1L 水，临用时配制。

10.2.4 氨溶液 (1+1)：量取 100mL 氨水加入 100mL 水中，混匀。

10.2.5 硫酸溶液 (1+9)：量取 10mL 硫酸，搅拌下缓缓倒入 90mL 水中，混匀。

10.2.6 苯芴酮溶液 (0.1g/L)：称取 0.01g (精确至 0.001g) 苯芴酮加少量甲醇及硫酸数滴溶解，以甲醇稀释至 100mL。

10.2.7 酚酞指示液 (10.0g/L)：称取 1.0g 酚酞，用乙醇溶解至 100mL。

10.3 标准品

金属锡 (Sn) 标准品，纯度为 99.99%或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

10.4 标准溶液的配制

10.4.1 锡标准溶液 (1.0mg/mL)：准确称取 0.1g (精确至 0.0001g) 金属锡，置于小烧杯中，加入 10mL 硫酸，盖以表面皿，加热至锡完全溶解，移去表面皿，继续加热至发生浓白烟，冷却，慢慢加入 50mL 水，移入 100mL 容量瓶中，用硫酸溶液 (1+9) 多次洗涤烧杯，洗液并入容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。

10.4.2 锡标准使用液：吸取 10.0mL 锡标准溶液，置于 100mL 容量瓶中，以硫酸溶液 (1+9) 稀释至刻度，混匀。如此再次稀释至每毫升相当于 10.0 μg 锡。

11 仪器和设备

11.1 紫外分光光度计。

11.2 电子天平：感量为 0.1mg 和 1mg。

12 分析步骤

12.1 试样制备

12.1.1 试样消化，同 5.2.1。

12.1.2 吸取 1.00mL~5.00mL 试样消化液和同量的试剂空白溶液，分别置于 25mL 比色管中。于试样消化液、试剂空白液中各加 0.5mL 酒石酸溶液（100g/L）及 1 滴酚酞指示液（100g/L），混匀，各加氨溶液（1+1）中和至淡红色，加 3.0mL 硫酸溶液（1+1）、1.0mL 动物胶溶液（5.0g/L）及 2.5mL 抗坏血酸溶液（10.0g/L），再加水至 25mL，混匀，再各加 2.0ml。苯芴酮溶液（0.1g/L），混匀，放置 1h 后测量。

12.2 标准曲线的制作

吸取 0.00mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL 锡标准使用液（相当于 0.00 μg、2.00 μg、4.00 μg、6.00 μg、8.00 μg、10.00 μg 锡），分别置于 25mL 比色管中，各加 0.5mL 酒石酸溶液（100g/L）及 1 滴酚酞指示液（10.0g/L），混匀，各加氨溶液（1+1）中和至淡红色，加 3.0mL 硫酸溶液（1+9）、1.0mL 动物胶溶液（5.0g/L）及 2.5mL 抗坏血酸溶液（10.0g/L），再加水至 25mL，混匀，再各加 2.0mL 苯芴酮溶液，混匀，放置 1h 后测量。

用 2cm 比色杯于波长 490nm 处测吸光度，标准各点减去零管吸光值后，以标准系列溶液的浓度为横坐标，以吸光度为纵坐标，绘制标准曲线或计算直线回归方程。

12.3 试样溶液的测定

用 2cm 比色杯以标准系列溶液零管调节零点，于波长 490nm 处分别对试剂空白溶液和试样溶液测定吸光度，所得吸光值与标准曲线比较或代入回归方程求出含量。

13 分析结果的表述

试样中锡的含量按式进行计算：

$$X = \frac{(m_3 - m_2) \times V_1}{m_3 \times V_2}$$

式中：

X——试样中锡的含量，单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或 mg/L）；

m1——测定用试样消化液中锡的质量，单位为微克（μg）；

m2——试剂空白液中锡的质量，单位为微克（μg）；

V1——试样消化液的定容体积，单位为毫升（mL）；

m3——试样质量，单位为克（g）；

V2——测定用试样消化液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留两位有效数字。

14 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

15 其他

当取样量为 1.0g，取消化液为 5.0mL 测定时，本方法定量限为 20mg/kg。