

中华人民共和国国家标准

钼铁化学分析方法
极谱法测定锡量UDC 669.15'28
:543.253
:546.811
GB 5059.4—88

Methods for chemical analysis of ferromolybdenum

代替 GB 5059.4—85

The polarographic method for the

determination of tin content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了极谱法测定锡量。

本标准适用于钼铁中锡量的测定。测定范围：0.005%~0.100%。

2 方法提要

试样以硝酸溶解，硫酸处理冒白烟，以 EDTA 消除铁和钼的影响，在 pH8 的情况下，以硫酸铍作载体沉淀四价锡，在 2~3 mol/L 盐酸底液中以氮气、氩气或氢气除氧，在交变电流状态下进行锡的极谱分析。

3 试剂

3.1 硝酸(1+1)。

3.2 盐酸(1+1)，优级纯。

3.3 硫酸(1+1)，优级纯。

3.4 硫酸(3.5 mol/L)。

3.5 氢氧化铵(ρ 0.90 g/mL)。

3.6 氢氧化钠溶液(0.05 mol/L)。

3.7 EDTA(二水合乙二胺四乙酸二钠)溶液(100 mg/mL)。

3.8 硫酸铍溶液(12 mg/mL)。

3.9 洗液：移取 30 mL EDTA 溶液(3.7)，加入 13 mL 氢氧化铵(3.5)，以水稀释至 600 mL，混匀。

3.10 酚红溶液：称取 0.1 g 酚红，溶解于 50 mL 水中，加入 5.7 mL 氢氧化钠溶液(3.6)，以水稀释至 100 mL，混匀。

3.11 锡标准溶液

3.11.1 称取 0.1000 g 锡(纯度 99.9% 以上)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)，加热溶解，冷却，以硫酸(3.4)将溶液移入 1000 mL 容量瓶中，并以相同硫酸稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锡。

3.11.2 移取 100.00 mL 锡标准溶液(3.11.1)，置于 1000 mL 容量瓶中，以硫酸(3.4)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 锡。

3.12 氮气、氩气或氢气：不含氧。

中华人民共和国冶金工业部 1988-09-08 批准

1990-01-01 实施

GB 5059.4—88

4 仪器

极谱仪。

5 试样

试样应通过0.125 mm 筛孔。

6 分析步骤

6.1 试样量

按表1称取试样：

表 1

锡量, %	试样量, g
0.005~0.010	0.5000
>0.010~0.100	0.2500

6.2 空白试验

随同试样做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试样(6.1)置于250 mL 烧杯中,加入20 mL 硝酸(3.1)、5 mL 硫酸(3.3),加热分解试样并蒸发至冒硫酸白烟,以30 mL 水溶解盐类,加入30 mL EDTA 溶液(3.7)、8 mL 硫酸铵溶液(3.8),煮沸3 min,加入2~3滴酚红溶液,以氢氧化铵调至溶液变红色并过量1~2 mL,煮沸3min,冷却。以中等密度的滤纸过滤,用洗液(3.9)冲洗烧杯和滤纸各数次,以50 mL 盐酸(3.2)溶解滤纸上的沉淀物于原烧杯中,将溶液移入100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 取溶液(6.3.1)置于电解池中,通入氮气(3.12)3 min,在电位-0.46V 的情况下测量波高。

6.3.3 减去随同试样所做的空白试验的波高,从工作曲线上查得相应的锡量。

6.4 工作曲线的绘制

移取0.2.50、5.00、10.00、15.00、20.00、25.00 mL 锡标准溶液(3.12),以下按6.3.1自加入20 mL 硝酸(3.1)起至6.3.2进行,减去试剂空白的波高,以锡量为横坐标,波高为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算锡的百分含量：

$$\text{Sn}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的锡量，g；

m_0 ——试样量，g。

注：分析结果表示至小数点后第三位。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

GB 5059.4—88

表 2

%

锡 量	允 许 差
0.005~0.010	0.004
>0.010~0.020	0.006
>0.020~0.050	0.008
>0.050~0.100	0.010

附加说明：

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

本标准水平等级标记 GB 5059.4—88 I