



中华人民共和国国家标准

GB 5059.4—88

钼铁化学分析方法 极谱法测定锡量

Methods for chemical analysis of ferromolybdenum
The polarographic method for the
determination of tin content

1988-09-20发布

1990-01-01实施

国家技术监督局 发布

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

Methods for chemical analysis of ferromolybdenum
The polarographic method for the
determination of tin content

UDC 669.15'28
:543.253
:546.811
GB 5059.4—88

代替 GB 5059.4—85

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。