

# 中华人民共和国国家标准

## 钨铁化学分析方法 苯基荧光酮光度法测定锡量

UDC 669.15'27  
:543.06

GB 7731.7—87

Methods for chemical analysis of ferrotungsten  
The phenylfluorone photometric method  
for the determination of tin content

本标准适用于钨铁中锡量的测定。测定范围：小于0.12%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

### 1 方法提要

试样以硝酸和氢氟酸分解，硫酸处理冒白烟，在含酒石酸的硫酸酸性溶液中，通入硫化氢使锡与铜、砷等共沉淀，进行分离，以硝酸和硫酸溶解，加硫酸锰和高锰酸钾使锡与二氧化锰共沉淀进行分离，以盐酸和过氧化氢溶解，加入酒石酸、草酸、聚乙烯醇掩蔽干扰元素，以氢氧化铵调节 pH 值，加入苯基荧光酮使生成锡-苯基荧光酮络合物，测量其吸光度。

### 2 试剂

- 2.1 酒石酸  $[\text{CH}(\text{OH})\text{CONH}_2]_2$ 。
- 2.2 抗坏血酸。
- 2.3 氢氟酸 ( $\rho=1.15\text{g/mL}$ )。
- 2.4 盐酸 (1+1)。
- 2.5 硝酸 ( $\rho=1.42\text{g/mL}$ )。
- 2.6 硝酸 (1+1)。
- 2.7 硫酸 ( $\rho=1.84\text{g/mL}$ )。
- 2.8 硫酸 (1+1)。
- 2.9 氢氧化铵 ( $\rho=0.90\text{g/mL}$ )。
- 2.10 氢氧化铵 (1+8)。
- 2.11 过氧化氢。
- 2.12 硫化氢。
- 2.13 酒石酸洗涤液：取 1g 酒石酸溶解于通入硫化氢饱和的 100mL 硫酸 (1+100) 中。
- 2.14 硫酸锰溶液：称取 20g 硫酸锰 ( $\text{MnSO}_4 \cdot 4 \sim 6\text{H}_2\text{O}$ ) 溶解于水中，并稀释至 1 000mL，混匀。
- 2.15 高锰酸钾溶液 (3%)。
- 2.16 酒石酸-草酸混合液：称取 10g 酒石酸和 0.2g 草酸溶解于水中，并稀释至 100mL，混匀。
- 2.17 苯基荧光酮：称取 0.05g 苯基荧光酮 ( $\text{C}_{19}\text{H}_{12}\text{O}_5$ ) 溶解于 20mL 盐酸 (1+1) 和 480mL 乙醇 (99.5%) 中，混匀。
- 2.18 聚乙烯醇溶液 (0.5%)：皂化度约为 80%。
- 2.19 锡标准溶液 ( $5\mu\text{g Sn/mL}$ )：称取 0.250 0g 锡 (纯度为 99.9% 以上)。置于铂皿中，盖上表皿，加入

中华人民共和国冶金工业部 1987-03-31 批准

1988-03-01 实施