

中华人民共和国国家标准

钼化学分析方法
聚乙二醇辛基苯基醚-苯荧光酮
光度法测定锡量

UDC 669.28:543
.426:546.811
GB 4825.3-84

Methods for chemical analysis of molybdenum
The polyethylene glycol octyl phenylether-phenyl
fluorone photometric method for the
determination of tin content

本标准适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中锡量的测定。测定范围：0.00005~0.004%。
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

试样以过氧化氢、氢氧化钠分解，在pH 9~11用小量镍作载体沉淀微量锡。过滤、洗涤后，将沉淀溶解于25ml比色管中。在0.8N左右硫酸酸度下，用乳化剂OP-苯荧光酮胶束增溶分光光度法测定锡量。

2 试剂

- 2.1 过氧化氢（比重1.10）优级纯。
- 2.2 硫酸（1+1）优级纯。
- 2.3 硫酸（6+94）优级纯。
- 2.4 氢氧化钠溶液（40%）优级纯。
- 2.5 氢氧化钠溶液（5%）优级纯。
- 2.6 酒石酸溶液（20%）。
- 2.7 草酸溶液（6%）。
- 2.8 镍溶液（0.5mg/ml）：称取1.68g硫酸镍铵〔(NH₄)₂SO₄·NiSO₄·6H₂O〕置于烧杯中，用水溶解，并移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 2.9 洗涤水：用氢氧化钠（2.4）将蒸馏水调至pH=10。
- 2.10 硫酸-过氧化氢混合溶液：100ml蒸馏水中含有6ml硫酸（比重1.84）和25ml过氧化氢（2.1）。
- 2.11 聚乙二醇辛基苯基醚（乳化剂OP）溶液（5%）。
- 2.12 苯荧光酮乙醇溶液（0.03%）：称取0.1500g苯荧光酮，置于100ml烧杯中，加入少量无水乙醇、8ml硫酸（2.2），在沸水浴上加热溶解后，冷却，用无水乙醇移入500ml棕色容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。
- 2.13 酚酞乙醇溶液（0.1%）。
- 2.14 洗涤水：蒸馏水用硫酸（2.2）调至pH 3左右。
- 2.15 锡标准溶液
- 2.15.1 称取0.1000g金属锡（99.90%以上），置于100ml烧杯中，加入5ml硫酸（比重1.84），在电炉上加热溶解，继续加热至冒硫酸白烟，取下冷却，加入5ml酒石酸溶液（2.6），用2N硫酸移入

国家标准局1984-04-12发布

1985-03-01实施