中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 聚乙二醇辛基苯基醚－苯荧光酮光度法测定锡量

UDC 669.27:543.42:546.811

GB 4324.3—84

Methods for chemical analysis of tungsten The polyethylene glycol octyl phenylether - phenylfluorone photometric method for the determination of tin content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中锡量的测定。测定范围：0.00005～0.0040%。

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，以酒石酸钠络合主体钨，在pH4.5～5.0有乙酸铵缓冲溶液存在下，以镍作共萃取剂，铜试剂、乙酸丁酯－环己烷（1 + 1）将锡萃入有机相与主体钨分离。然后用铜盐将锡置换入水相，用酒石酸和柠檬酸掩蔽少量残余的杂质。在0.9N的硫酸介质中用乳化剂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 乙酸丁酯。

2.3 环己烷。

2.4 硫酸（1 + 1），优级纯。

2.5 硫酸（5 + 95），优级纯。

2.6 氢氧化钠溶液（40%），优级纯。

2.7 酒石酸钠溶液（20%）。

2.8 酒石酸溶液（20%）。

2.9 硫酸铜溶液（4%）。

2.10 柠檬酸溶液（50%）。

2.11 草酸溶液（6%）。

2.12 乙酸铵缓冲溶液（10%）：称取40g乙酸铵，置于500ml烧杯中，加400ml水溶解，加12ml硫酸（2.4），混匀（pH4.5）。

2.13 洗涤液：称取15g草酸和25g乙酸铵，加水溶解后稀释至1500ml，以约15ml氢氧化钠溶液（2.6）调至溴甲酚紫变黄（pH5.1）。

2.14 镍溶液（0.5mg/ml）：称取1.68g硫酸镍铵〔$(NH_4)_2SO_4 \cdot NiSO_4 \cdot 6H_2O$〕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。

2.15 二乙基二硫代氨基甲酸钠（铜试剂）溶液（5%）。用时配制，过滤使用。

2.16 溴甲酚紫乙醇（1 + 4）溶液（0.05%）。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

2.17 聚乙二醇辛基苯基醚（乳化剂OP）溶液（5%）。

2.18 苯荧光酮乙醇溶液（0.03%）：称取0.1500g苯荧光酮，置于150ml烧杯中，加入8 ml硫酸（2.4），加数毫升无水乙醇，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。

2.19 锡标准溶液

2.19.1 称取0.1000g金属锡（99.9%以上），置于100ml烧杯中，加入5 ml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5 ml酒石酸溶液（2.8），用2 N硫酸移入500ml容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含200μg锡。

2.19.2 移取25.00ml锡标准溶液（2.19.1），置于1000ml容量瓶中，用2 N硫酸稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5 μg锡。

3 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

4 分析步骤

4.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

4.2 试样量

按表1称取试样量。

表 1

锡，%	0.00005～0.001	>0.001～0.004
试样量，g	1.000～0.5000	0.2000～0.1000

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 钨粉、钨条

4.4.1.1 将试样（4.2）置于100ml烧杯中，以少量水润湿，分两次加入8～10ml过氧化氢(2.1)，待剧烈反应停止后，置于电炉上加热至样品完全溶解，取下冷却，用水冲洗表皿及杯壁，置于低温电热板上蒸干。

4.4.1.2 沿杯壁冲以少量水，加2.5ml氢氧化钠溶液（2.6），盖上表皿，在电炉上煮沸1～2min，取下稍冷，加入15ml酒石酸钠溶液（2.7），边摇边加2 ml硫酸（2.4），置于电炉上煮沸1～2 min，取下冷却。

4.4.1.3 沿杯壁加水至30ml左右，加入0.2ml镍溶液(2.14)，加入1滴溴甲酚紫乙醇溶液(2.16)，用氢氧化钠溶液（2.6）调至紫色，再用硫酸（2.5）调至黄色（pH5.1），加入5 ml乙酸铵缓冲溶液（2.12）、5 ml铜试剂溶液（2.15），放置5 min。

4.4.1.4 用水移入125ml带刻度的分液漏斗中，控制溶液体积约50ml，加入8 ml乙酸丁酯（2.2）、8 ml环己烷（2.3），振荡1 min，静置分层。

4.4.1.5 弃去水相，向有机相内加入30ml洗涤液（2.13）、1 ml铜试剂溶液（2.15），振荡1 min，静置分层后，弃去水相，再重复洗涤有机相一次。

4.4.1.6 弃去水相，向有机相内加入5 ml水、2 ml酒石酸溶液（2.8）、1 ml硫酸铜溶液（2.9）、1.25ml硫酸（2.4），每加一种试剂均需混匀，振荡2.5min，静置分层。

4.4.1.7 将水相放入盛有1.5ml柠檬酸溶液(2.10)的25ml比色管中，加入2 ml乳化剂OP (2.17)、2 ml苯荧光酮乙醇溶液 (2.18)、2 滴草酸溶液 (2.11)，每加一种试剂后均需混匀，用水稀释至刻度，混匀，放置10 min。

4.4.1.8 将部分溶液移入3 cm比色皿中，以随同试样所做的空白为参比，于分光光度计波长508 nm处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的锡量。

4.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试样 (4.2) 置于100ml烧杯中，以下按4.4.1.2～4.4.1.8项进行。

4.5 工作曲线的绘制

4.5.1 移取0.00，0.20，0.40，0.60，0.80，1.00ml锡标准溶液 (2.19.2)，分别置于一组25ml比色管中，加入1.5 ml柠檬酸溶液 (2.10)、2 ml酒石酸溶液 (2.8)、1.25ml硫酸 (2.4)、2 ml乳化剂OP溶液 (2.17)、2 ml苯荧光酮乙醇溶液 (2.18)，每加一种试剂均需混匀，加入2 滴草酸溶液 (2.11) 后，用水稀释至刻度，混匀，放置10min。

4.5.2 将部分溶液移入3 cm比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长508 nm处测量其吸光度，以锡量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算锡的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的锡量，g；

m——试样量，g。

6 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。

表 2 %

锡　　量	允 许 差
0.00005～0.00020	0.00005
>0.00020～0.00040	0.00015
>0.00040～0.00080	0.00025
>0.00080～0.0020	0.0005
>0.0020～0.0040	0.0008

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由湖南冶金研究所起草。

本标准主要起草人杨素卿。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 895—77《钨化学分析方法》作废。