中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 新铜试剂光度法测定铜量

UDC 669.27:543
.42:546.56

GB 4324.10—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The neocuproine photometric method for the
determination of copper content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铜量的测定。测定范围：0.0003%～0.0030%。

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

试样经过氧化氢或氢氧化钠分解，在微氨性介质中，以酒石酸钾钠络合主体钨，盐酸羟胺还原铜（Ⅱ）成铜（Ⅰ），在pH7～8时，用三氯甲烷萃取铜（Ⅰ）的新铜试剂络合物，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氢氧化铵（比重0.90）。

2.2 过氧化氢（比重1.10）。

2.3 三氯甲烷。

2.4 盐酸（1＋1）。

2.5 氢氧化钠溶液（20%）。

2.6 酚红乙醇溶液（0.1%）。

2.7 2，9－二甲基－1，10二氮杂菲（新铜试剂）乙醇溶液（0.15%）。

2.8 盐酸羟胺溶液（10%）。提纯步骤如下：称取10g盐酸羟胺，置于250ml烧杯中，加60～70ml水溶解，用氢氧化铵（2.1）调节至pH7～8（用pH试纸检查），用水移入125ml分液漏斗中并控制体积为100ml，加5 ml新铜试剂乙醇溶液（2.7），混匀，放置5 min，用三氯甲烷（2.3）振荡数次（每次10ml，振荡1 min），直至有机相无黄色为止。弃去有机相，将水相过滤于试剂瓶中，备用。

2.9 酒石酸钾钠溶液（40%）。提纯步骤如下：称取40g酒石酸钾钠，置于250ml烧杯中，加60～70ml水溶解，用盐酸（2.4）调节至pH7～8（用pH试纸检查），用水移入125ml分液漏斗中并控制体积为100ml，加10ml盐酸羟胺溶液（2.8），加5 ml新铜试剂乙醇溶液（2.7），混匀，放置5 min，用三氯甲烷（2.3）振荡数次（每次10ml，振荡1 min），直至有机相无黄色为止。弃去有机相，将水相过滤于试剂瓶中，备用。

2.10 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.11 铜标准溶液

2.11.1 称取0.1000g金属铜（99.90%以上），置于250ml烧杯中，加10ml硝酸（1＋1）溶解后，加10ml硫酸（1＋1），蒸发至冒硫酸白烟，取下冷却，加30～40ml水，加热使盐类溶解，取下冷却后，用水移入1000ml容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg铜。

2.11.2 移取25.00ml铜标准溶液（2.11.1），置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5 μg铜。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

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

称取0.5000～1.000g试样。

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

将试样（4.2）置于250ml烧杯中，以1～2 ml水润湿，分二次徐徐加入15ml过氧化氢（2.2），放置分解，待剧烈反应停止后，再分二次加10ml过氧化氢（2.2），加热使试样溶解完全，用水吹冲表皿及杯壁（可不再加盖），继续加热蒸发至干涸，并重复一次，取下冷却，加入5 ml氢氧化钠溶液（2.5），加热溶解至溶液清亮。

4.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试样（4.2）置于250ml烧杯中，加入5 ml氢氧化钠溶液（2.5），加热溶解至溶液清亮。

4.4.3 向溶液（4.4.1或4.4.2）中加入10ml酒石酸钾钠溶液（2.9），在不断摇动下，加入5 ml盐酸（2.4），加热煮沸1～2 min，取下冷却。

4.4.4 加入10ml盐酸羟胺溶液（2.8）、1～2滴酚红乙醇溶液（2.6），用氢氧化铵（2.1）调节至溶液呈橙红色（pH7～8）。

4.4.5 用水移入125ml分液漏斗中，控制体积约50ml，加入5 ml新铜试剂乙醇溶液（2.7），混匀，放置5 min，加入10.00ml三氯甲烷（2.3），振荡1 min，静置分层后，有机相经脱脂棉过滤于2 cm比色皿中，以三氯甲烷（2.3）为参比，于分光光度计波长450nm处测量其吸光度。

4.4.6 减去随同试样所做空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的铜量。

4.5 工作曲线的绘制

移取0.00，0.50，1.00，2.00，3.00，4.00ml铜标准溶液（2.11.2），分别置于一组100ml烧杯中。以下按4.4.3～4.4.5款进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以铜量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铜的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的铜量，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下表所列允许差。

%

铜　　量	允 许 差
0.00030～0.00060	0.00015
>0.00060～0.00080	0.00025
>0.00080～0.00120	0.00030
>0.0012 ～0.0020	0.0004
>0.0020 ～0.0030	0.0005

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。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人刘廷柱、谭爱云。

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。