中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 铬天青S光度法测定铝量

UDC 669.27:543.42:546.621

GB 4324.11—84

Methods for chemical analysis of tungsten The chromazurol S photometric method for the determination of aluminium content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铝量的测定。测定范围：0.0005～0.025%。

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

试样以过氧化氢和氢氧化钠分解，残渣用焦硫酸钾熔融，水浸出，在pH8.5～9.0，用乙酸乙酯萃取铝的钽试剂络合物进行分离，经稀盐酸反萃取后，于六次甲基四胺缓冲溶液中，铝与铬天青S生成紫红色络合物，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 焦硫酸钾。

2.2 过氧化氢（比重1.10）。

2.3 乙酸乙酯。

2.4 氢氧化钠溶液（10%），优级纯。

2.5 盐酸（1＋10），优级纯。

2.6 盐酸（0.2N），优级纯。

2.7 硝酸（1＋2）。

2.8 氢氧化铵（1＋1）。

2.9 氢氧化铵（1＋10）。

2.10 抗坏血酸溶液（1%），用时配制。

2.11 氢氧化铵－硝酸铵缓冲溶液（pH8.5）：称取6.4g硝酸铵溶解于水中，加入1.5ml氢氧化铵（比重0.90），用水稀释至1000ml，贮于塑料瓶中。

2.12 N－苯甲酰苯基羟胺（钽试剂）乙醇溶液（0.1%）。

2.13 溴甲酚绿－甲基红溶液：三份溴甲酚绿乙醇溶液（1%）与一份甲基红乙醇溶液（0.2%）混匀。

2.14 酚酞乙醇溶液（0.1%）。

2.15 铬天青S乙醇溶液（0.1%）。

2.16 六次甲基四胺溶液（20%pH6.5左右）。

2.17 钙溶液：称取0.5g碳酸钙，加10ml盐酸（1＋1）溶解，用水稀释至1000ml，混匀。此溶液1ml含2.00mg钙。

2.18 铝标准溶液

2.18.1 称取1.0000g金属铝（99.90%以上），置于200ml烧杯中，加入10ml盐酸（1＋1），于低温加热溶解后，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.0mg铝。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

2.18.2 移取10.00ml铝标准溶液（2.18.1），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10μg铝。

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

铝，%	试样量，g
0.0005～0.0020	1.000
>0.0020～0.0040	0.5000
>0.0040～0.010	0.2000
>0.010～0.025	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，加入5～10ml过氧化氢（2.2）于低温加热溶解，取下冷却，加入10ml氢氧化钠溶液（2.4），加热分解过氧化氢。

4.4.1.2 取下，过滤于100ml烧杯中，将原烧杯中残渣全部转入滤纸上，用少量水洗滤纸4～5次，保留滤液，将滤纸连同残渣放入铂坩埚中，灰化。

4.4.1.3 加入1 g焦硫酸钾（2.1），于700～800℃熔融2～3 min，冷却，于铂坩埚中加入10ml水，加热浸取熔块并合并于主液，用水洗净坩埚，溶液加入1滴酚酞乙醇溶液（2.14），用氢氧化钠溶液（2.4）与硝酸（2.7）调节溶液至浅红色，加入10ml氢氧化铵－硝酸铵缓冲溶液（2.11），移入120ml分液漏斗中，洗净烧杯，控制体积约70ml。

4.4.1.4 加入4 ml钼试剂乙醇溶液（2.12），混匀，放置10min，加入25ml乙酸乙酯（2.3），振荡1 min，静置分层，弃去水相，于有机相中加入10ml水，振荡10s，弃去水相，有机相用盐酸(2.6)反萃取二次，每次振荡1 min，静置分层，弃去有机相，将二次水相合并于50ml烧杯中，于低温电炉上蒸发至体积约为2 ml，取下冷却，移入100ml容量瓶中，加水至约70ml。

4.4.1.5 加入1 ml钙溶液（2.17）和1 ml抗坏血酸溶液（2.10），混匀，加入1滴溴甲酚绿－甲基红溶液（2.13），用盐酸（2.5）与氢氧化铵（2.9）调节溶液由红变绿，加入5 ml盐酸（2.6）、3 ml铬天青S乙醇溶液（2.15）、5 ml六次甲基四胺溶液（2.16），每加一种试剂均需混匀，用水稀释至刻度，混匀，放置10min。

4.4.1.6 将部分溶液移入1 cm比色皿中，以随同试样所做空白为参比，于分光光度计波长550 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的铝量。

4.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试样（4.2）置于100ml烧杯中，加入10ml氢氧化钠溶液（2.4），加热溶解，滴加5滴过氧化

氢（2.2），加热分解过氧化氢。以下按4.4.1.2～4.4.1.6项进行。

4.5 工作曲线的绘制

4.5.1 移取0.00，0.50，1.00，1.50，2.00，2.50，3.00ml铝标准溶液（2.18.2），分别置于一组100ml容量瓶中，加入约70ml水。以下按4.4.1.4～4.4.1.5项进行。

4.5.2 将部分溶液移入1 cm比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长550nm处测定其吸光度。以铝量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铝的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的铝量，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所列的允许差。

表2 %

铝　量	允　许　差
0.0005～0.0015	0.0004
>0.0015～0.0040	0.0010
>0.0040～0.0080	0.0015
>0.0080～0.0120	0.0025
>0.012 ～0.025	0.003

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。

本标准由宝鸡有色金属研究所宝鸡有色金属加工厂起草。

本标准主要起草人陈觉。

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。