中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 乙二醛双（2－羟基苯胺）光度法测定钙量

UDC 669.27:543.42:546.41

GB 4324.13—84

Methods for chemical analysis of tungsten The glyoxal bis (2-hydroxyanil)photometric method for the determination of calcium content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中钙量的测定。测定范围：0.0007～0.025％。

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

试样经氯化分离主体钨后，残渣用盐酸浸出，在碱性介质中钙与乙二醛双（2－羟基苯胺）形成红色络合物，用正戊醇萃取，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 正戊醇。

2.2 盐酸（1＋1），特纯。贮于塑料瓶中。

2.3 氢氧化钠溶液（5％），特纯。贮于塑料瓶中。

2.4 乙二醛双（2－羟基苯胺）甲醇溶液（0.3％）。用时配制。

2.5 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.6 钙标准溶液

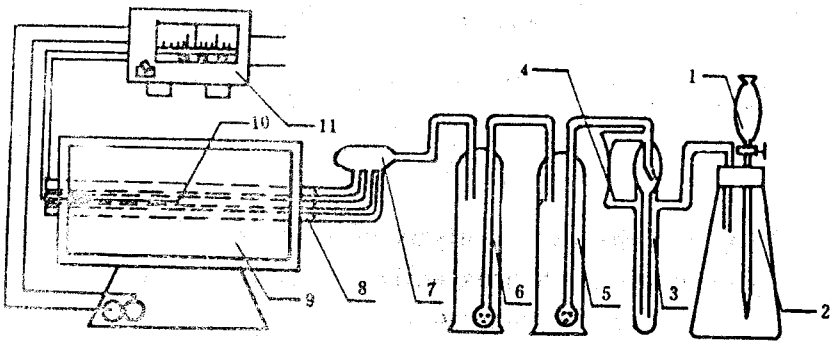
2.6.1 称取0.1399g预先于900℃灼烧过的氧化钙（99.90％以上），置于250ml塑料杯中，加10ml盐酸（2.2），于水浴上加热溶解，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg钙。贮于塑料瓶中，备用。

2.6.2 移取10.00ml钙标准溶液（2.6.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10μg钙。贮于塑料瓶中，备用。

3 仪器

3.1 氯化装置，如图。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-08-01实施



1—漏斗（内盛盐酸）；2—氯化氢发生器（内盛硫酸）；3—锐孔流量计；4—毛细管；5—缓冲瓶；6—硫酸洗瓶；7—气体分配器；8—石英管（ϕ22mm × 2 mm × 650mm）7支；9—氯化炉；10—热电偶；11—电阻炉温度控制器

4 试样

4.1 钨条应粉碎并通过120目筛网。

4.2 准确称取0.1000～1.000g仲钨酸铵先置于氯化炉的石英管口处分解，然后推入600℃高温区煅烧成三氧化钨再按5.4条测定。

4.3 准确称取0.1000～1.000g钨酸先置于氯化炉的石英管口处分解，然后推入750℃高温区煅烧成三氧化钨再按5.4条测定。

4.4 准确称取0.1000～1.000g钨粉、钨矿于750℃氯化炉的石英管中灼烧氧化成三氧化钨再按5.4条测定。

5 分析步骤

5.1 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。

5.2 试样量

称取0.1000～1.000g试样（4.2或4.3或4.4）。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样（5.2）均匀铺于铂舟中，推入预先升温至750℃氯化炉的石英管高温区，通干燥氯化氢气体，流量为140～150ml/min（锐孔流量计的流量刻度按氧气流量校正）。氯化完毕后，取出铂舟，稍冷。

5.4.2 加6滴盐酸（2.2）、20滴水（约1ml），混匀后，于红外灯下加热溶解，用热水移入60ml分液漏斗中，冷却至室温（不超过32℃）。加3.5ml氢氧化钠溶液（2.3），混匀。

5.4.3 用水稀释至15ml，混匀，加1.5ml乙二醛双（2－羟基苯胺）甲醇溶液（2.4），混匀，立即加10ml正戊醇（2.1），振荡1min（需每2个一批显色萃取，加入显色剂后到萃取完毕不得超过2.5min，并在整个以下操作中尽量避免有机相与空气接触）。静置分层后，弃去水相，补加5ml正戊醇（2.1），混匀，静置20min。

5.4.4 将部分溶液移入1cm比色皿中，以正戊醇为参比，于分光光度计波长540nm处测量其吸光度。（需10～15min内测量完毕）。

5.4.5 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钨量

5.5 工作曲线的绘制

移取0.00，0.50，1.00，1.50，2.00，2.50，3.00ml钙标准溶液（2.6.2），分别置于一组预先加入约2 ml水的60ml分液漏斗中，加2.5ml氢氧化钠溶液（2.3）。以下按5.4.3～5.4.4款进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以钙量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算钙的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的钙量，g；

m——试样量，g。

7 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。

%

钙　　量	允　许　差
0.0007～0.0025	0.0006
>0.0025～0.00[illegible]	0.0015
>0.006 ～0.0[illegible]	0.002
>0.012 ～0.016	0.004
>0.016 ～0.025	0.005

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。

本标准主要起草人王静娟。

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