中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量

UDC 669.27:543.42:546.41

GB 4324.14—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The atomic absorption spectrophotometric 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：0.0007～0.030%。

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

试样用过氧化氢分解，加入一定量的酒石酸钾钠作为络合剂，在氨性介质中，以8－羟基喹啉正丁醇溶液萃取钙，取有机相于原子吸收分光光度计波长422.7nm处，以氧屏蔽空气－乙炔火焰进行钙的测定。

2 试剂

2.1 氢氧化铵（比重0.90），特纯。

2.2 过氧化氢（比重1.10），优级纯。

2.3 8－羟基喹啉正丁醇溶液：称取1.5g 8－羟基喹啉溶解于100ml正丁醇溶液中，混匀。

2.4 酒石酸钾钠溶液（30%）。

提纯方法如下：取300ml酒石酸钾钠溶液（30%），置于500ml分液漏斗中，加入6 ml氢氧化钠溶液（20%）、50ml 8－羟基喹啉正丁醇溶液（3%），萃取振荡5 min，静置分层，将水相移入另一个500ml分液漏斗中。用同样方法再萃取一次，然后用正丁醇萃洗数次（每次用50ml正丁醇）直至溶液黄色消失。将提纯好的酒石酸钾钠溶液贮存于塑料器皿中备用。

2.5 钙标准溶液

2.5.1 称取2.4970g预先在105℃烘1 h，并在干燥器中冷至室温的碳酸钙（99.90%），置于300ml烧杯中，加入20ml水，用20ml盐酸（1＋1）溶解后再过量10ml，煮沸逐去二氧化碳，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1.0mg钙。

2.5.2 移取10.00ml钙标准溶液（2.5.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg钙。

3 仪器

原子吸收分光光度计。配备有氧屏蔽空气－乙炔用水冷型燃烧器，钙空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计应达到下列指标。

最低灵敏度：工作曲线中所用等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸光度应不低于0.250。

工作曲线线性：工作曲线中所用等差浓度标准溶液中，最高和次高浓度标准溶液的吸光度之差，应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度差值的0.9倍。

最低稳定性：工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得的吸光度，相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数，应分别小于1.5%和0.6%。最低稳定性变异系数的计算见

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

附录A（补充件）。

H-700改装型原子吸收分光光度计的工作条件参数见附录B（参考件）。

4 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

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

按表1称取试样量。

表1

钙，%	0.001～0.010	>0.010～0.020	>0.020～0.030
试样量，g	0.5000	0.2000	0.1000

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 钨粉、钨条、钨酸、仲钨酸铵

5.4.1.1 将试样（5.2）置于100ml烧杯中，滴加3～5ml过氧化氢（2.2），置于电炉上低热分解，待试样溶解后，取下。

5.4.1.2 加入2～3ml酒石酸钾钠溶液（2.4），置于电炉上加热至溶液澄清，滴加2ml氢氧化铵（2.1），煮沸，取下冷却。

5.4.1.3 加入15ml氢氧化铵（2.1），移入100ml分液漏斗中，加入10ml 8-羟基喹啉正丁醇溶液（2.3），萃取振荡5 min，静置分层，弃去水相。

5.4.1.4 将有机相在原子吸收分光光度计上，于波长422.7nm处，用氧屏蔽空气-乙炔火焰，以水调零，测定钙的吸光度，从工作曲线上查出相应的钙浓度。

5.4.2 三氧化钨

将试样置于100ml烧杯中，加入2～3ml酒石酸钾钠溶液（2.4），加入10～20ml氢氧化铵(2.1)，置于电炉上加热，使试样完全溶解，取下冷却。以下按5.4.1.3～5.4.1.4项进行。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取0.00，0.10，0.20，0.30，0.40，0.50ml钙标准溶液（2.5.2），分别置于一组100ml分液漏斗中，加入5ml水、15ml氢氧化铵（2.1）、10ml 8-羟基喹啉正丁醇溶液（2.3），每加入一种试剂均需混匀，萃取振荡5 min，静置分层，弃去水相。

5.5.2 将有机相在原子吸收分光光度计上，于波长422.7nm处，用氧屏蔽空气-乙炔火焰，以水调零，测量钙的吸光度。以钙浓度为横坐标，吸光度（减去试剂空白的吸光度）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：

$$Ca(\%)=\frac{(m_2-m_1)V}{m\times 10^6}\times 100$$

式中：m_2——从工作曲线上查得试样溶液的钙浓度，μg/ml；

m_1——从工作曲线上查得随同试样所做空白的钙浓度，μg/ml；

V——试液总体积，ml；

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表2所列允许差。

表2

%

钙　　量	允 许 差
0.0007～0.0025	0.0006
>0.0025～0.0060	0.0015
>0.006 ～0.012	0.002
>0.012 ～0.016	0.004
>0.016 ～0.030	0.005

附 录 A
最低稳定性变异系数的计算
（补充件）

A.1 最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度读数的变异系数计算公式如下：

$$S_C = \frac{100}{\overline{C}} \sqrt{\frac{\Sigma\ (C-\overline{C})^2}{n-1}} \quad \cdots\cdots (A\ 1)$$

$$S_0 = \frac{100}{\overline{C}} \sqrt{\frac{\Sigma\ (O-\overline{O})^2}{n-1}} \quad \cdots\cdots (A\ 2)$$

式中：S_C——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数；

S_0——零浓度溶液吸光度的百分变异系数；

$\overline{C}$——最高浓度标准溶液吸光度的平均值；

C——最高浓度标准溶液吸光度；

$\overline{O}$——零浓度溶液吸光度的平均值；

O——零浓度溶液吸光度；

n——测量次数。

附 录 B
H-700改装型原子吸收分光光度计的工作条件参数
（参考件）

元素	工作条件参数						
	波长 nm	狭缝 mm	灯电流 mA	燃烧器高度 mm	空气流量 l/min	乙炔流量 l/min	氧气流量 l/min
钙	422.7	0.05	8	1	11	4	5

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。

本标准主要起草人徐锦文。

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。