中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 偶氮氯膦Ⅰ光度法测定镁量

UDC 669.27:543
.42:546.46

GB 4324.15—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The chlorophosphonazo Ⅰ photometric method for
the determination of magnesium content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中镁量的测定。测定范围：0.00030～0.020%。

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（试样钨粉、钨条）或氢氧化钠（试样三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵）分解，在约0.5M氢氧化钠溶液中用活性炭吸附氢氧化镁，用三乙醇胺、邻二氮杂菲、EGTA－铅溶液联合掩蔽残余的少量杂质元素，在pH10.4左右以偶氮氯膦Ⅰ作显色剂，光度法测定镁量。

2 试剂

2.1 活性炭：10g左右的活性炭置于300ml烧杯中，加入100ml盐酸（2.3），加热2h，以倾泻法将大部分盐酸倒出，再加入100ml盐酸（2.3）浸泡24h，过滤，用水洗10次，于110℃烘干。

2.2 盐酸（比重1.19），优级纯。

2.3 盐酸（1＋1），优级纯。

2.4 盐酸（1＋15），优级纯。

2.5 氢氧化钠溶液（20%），优级纯。

2.6 氢氧化钠溶液（2%），优级纯。

2.7 过氧化氢（比重1.10），优级纯。

2.8 三乙醇胺溶液（1＋1）。

2.9 邻二氮杂菲溶液：2g邻二氮杂菲溶解于300ml95%乙醇中，加入199ml水、1ml四乙烯五胺，混匀。

2.10 乙二醇－双（2－氨基乙基醚）－四乙酸（EGTA）－铅溶液：称取1.900gEGTA，置于300ml烧杯中，加入200ml水，以氢氧化钠溶液（2.5）助溶，并中和至中性，再过量5滴。另称取1.800g硝酸铅〔$Pb(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$〕溶解于300ml水中，合并上述二溶液，混匀。

2.11 硼砂－氢氧化钠缓冲溶液（pH10.7）：称取50g优级纯硼砂溶解于950ml水中，用氢氧化钠溶液（2.5）中和至pH10.7（约需50.2ml），过滤。

2.12 偶氮氯膦Ⅰ溶液（0.03%）。

2.13 乙二胺四乙酸二钠盐（EDTA）溶液（5%）：称取5gEDTA溶解于少量水中，用氢氧化钠溶液（2.5）中和至中性，加水至100ml，混匀。

2.14 铁溶液：称取0.2500g金属铁（99.95%以上），置于200ml烧杯中，加入少量水、5ml盐酸（2.3），待完全溶解后，加入2ml硝酸（1＋1），加热10min，放冷，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.5mg铁。

2.15 镁标准溶液

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

2.15.1 称取0.1658g预先于500℃灼烧30min的氧化镁（99.99%以上），置于200ml烧杯中，加入5 ml盐酸（2.3），微热溶解完全，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg镁。

2.15.2 移取25.00ml镁标准溶液（2.15.1），置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5 μg镁。

3 仪器

3.1 酸度计。

3.2 电动磁力搅拌器（360r/min）。

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

镁，%	<0.001	0.001～0.010	>0.01
试样量，g	1.000	0.5000～0.1000	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

5.4.1.1 将试样（5.2）置于100ml聚四氟乙烯烧杯（或石英烧杯）中，以水润湿，分多次加入过氧化氢（2.7）（每次1 ml左右，1 g试样约需10ml，0.1g试样约需3 ml），室温下溶解，再在低温电炉上加热，使试样完全分解，取下，用水冲洗表皿及杯壁，煮沸10min，取下。

5.4.1.2 加入4 ml盐酸（2.2），加热10min，取下，加入1 ml铁溶液（2.14），用塑料棒搅拌，用氢氧化钠溶液（2.5）中和至pH6左右（pH试纸检查），加入5 mg活性炭（2.1），搅拌，加入8 ml氢氧化钠溶液（2.5），总体积约为50ml，加热至沸，低温保温10min，取下，稍冷，用电动磁力搅拌器搅拌10min，取下。

5.4.1.3 用慢速定量滤纸过滤，温氢氧化钠溶液（2.6）洗涤10～15次，轻轻甩去漏斗颈中的氢氧化钠溶液。

5.4.1.4 用15ml左右70～80℃盐酸（2.3）将沉淀溶解于100ml烧杯中，于低温电炉上蒸发至恰干，取下，加入少量水，稍加热使盐类溶解。将溶液移入50ml容量瓶中。

5.4.1.5 加入5 ml三乙醇胺溶液（2.8）、5 ml邻二氮杂菲溶液（2.9）、1 ml EGTA－铅溶液（2.10）、5 ml硼砂－氢氧化钠缓冲溶液（2.11），每加入一种试剂都要混匀，放置2～5 min，加入5 ml偶氮氯膦Ⅰ溶液（2.12），用水稀释至刻度，混匀，放置15min。

5.4.1.6 将部分溶液移入3 cm比色皿中。在剩余的溶液中加入2滴EDTA溶液（2.13），混匀，并作为参比，于分光光度计波长572nm处测量其吸光度。

5.4.1.7 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镁量。

5.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试样（5.2）置于100ml聚四氟乙烯烧杯（或石英烧杯）中，以水润湿，加入3～5 ml氢氧化钠溶液（2.5），加热使试样溶解完全，取下，用水冲洗表皿及杯壁。以下按5.4.1.2～5.4.1.7项进行。

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镁标准溶液（2.15.2），分别置于一组50ml容量瓶中，加入1 ml盐酸（2.4），以下按5.4.1.5～5.4.1.6项进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度，以镁量为横坐标，吸光度为纵坐标、绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算镁的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的镁量，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表2所列允许差。

表2 %

镁　　量	允 许 差
0.00030～0.00090	0.00025
>0.0009～0.0030	0.0005
>0.003～0.006	0.001
>0.006～0.009	0.002
>0.009～0.020	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。

本标准由湖南冶金研究所起草。

本标准主要起草人宋现来。

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。