中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 钽试剂光度法测定钒量

UDC 669.27:543
.42:546.881

GB 4324.20—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The N-benzoyl-N-phenylhydroxylamine photometric method for the determination of vanadium content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中钒量的测定。测定范围：0.00050～0.040%。

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

试样以硫酸-硫酸铵或氢氧化钠溶解，以酒石酸钠及少量磷酸络合主体钨及微量铁、钛等元素。在乙酸盐缓冲液（pH 4.5～5.0）存在下，以少量锡（Ⅳ）作载体，用铜试剂-三氯甲烷萃取分离钨中微量钒。在1.5N硫酸介质中，钒(Ⅴ)和钽试剂形成橙黄色络合物，以三氯甲烷-乙醇混合溶剂萃取，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氢氧化钠。

2.2 硫酸（比重1.84）。

2.3 硫酸（1 + 1）。

2.4 盐酸（比重1.19）。

2.5 盐酸（1 + 1）。

2.6 硝酸（比重1.42）。

2.7 高氯酸（比重1.67）。

2.8 磷酸（比重1.70）。

2.9 氢氧化铵（比重0.90）。

2.10 氢氧化铵（1 + 1）。

2.11 三氯甲烷。

2.12 氢氧化钠溶液（10%）。

2.13 氢氧化钠溶液（20%）。

2.14 硫酸-硫酸铵混合液：按2 ml硫酸（比重1.84）、1 g硫酸铵的配比混匀，备用。

2.15 酒石酸钠溶液（20%）。

2.16 高锰酸钾溶液（0.1%）。

2.17 尿素溶液（20%）。

2.18 亚硝酸钠溶液（0.2%）。

2.19 二乙基二硫代氨基甲酸钠（铜试剂）溶液（4%）。用时配制。

2.20 N-苯甲酰-N苯基羟胺（钽试剂）溶液（0.2%）：称取0.5g钽试剂溶于200ml三氯甲烷和50ml乙醇中，混匀，贮于棕色瓶中。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

2.21 乙酸盐缓冲溶液（pH4.1）：移取11.8ml乙酸，加入4.2g无水乙酸钠，用少量水溶解后，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.22 锡（Ⅳ）溶液：称取0.2962g氯化锡（$SnCl_4 \cdot 5H_2O$），用盐酸（1 + 9）溶解。移入200ml容量瓶中，用盐酸（1 + 9）稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含500μg锡（Ⅳ）。

2.23 溴甲酚紫溶液（0.05%）：用乙醇（1 + 4）配制。

2.24 钒标准溶液

2.24.1 称取0.1785g五氧化二钒（基准试剂），置于100ml烧杯中，加入2 ml氢氧化钠溶液（2.13），加热至完全溶解，用10ml硫酸（1 + 3）酸化，滴加数滴硝酸（2.6），蒸发至冒硫酸烟，取下稍冷，用少量水冲洗表皿及杯壁，再次冒硫酸烟，驱尽硝酸，稍冷，移入200ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含500μg钒。

2.24.2 移取20.00ml钒标准溶液（2.24.1），置于200ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含50μg钒。

2.24.3 移取20.00ml钒标准溶液（2.24.2），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10μg钒。

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0.1000～1.000g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

4.4.1.1 将试样（4.2）置于100ml烧杯中，加入10～12ml硫酸－硫酸铵混合液（2.14），在高温电炉上加热溶解，至试液清亮（称取1.000g试样时，常在高温加热溶解时转变为钨酸状态，呈淡黄色沉淀物，只要不存在黑色粉末，即可），蒸发硫酸至体积不大于1 ml，取下稍冷。加入10ml氢氧化钠溶液（2.12）〔称取1.000g试样时，须加10ml氢氧化钠溶液（2.13）〕，加热至大部分溶解后，加入15ml酒石酸钠溶液（2.15），于电热板上加热至完全溶解〔若仍有不溶物，可加适量固体氢氧化钠（2.1）至完全溶解为止〕。滴加4滴磷酸（2.8），稍冷。

4.4.1.2 加入1 ml锡（Ⅳ）溶液（2.22），移入125ml梨形分液漏斗中，加水使体积约为40ml。加2～3滴溴甲酚紫溶液（2.23），此时试液为紫色〔若呈黄色，则表示碱量不够，可加氢氧化铵（2.9）调至紫色〕，滴加盐酸（2.5）至试液呈微紫色后，再多加1滴，加入10ml乙酸盐缓冲溶液（2.21），混匀，此时体积约为50ml（pH4.5），加3 ml铜试剂溶液（2.19），混匀，稍等片刻（约4～5 min）。加10ml三氯甲烷（2.11），振荡1.5min，静置分层后，有机相放入原烧杯中。加2 ml铜试剂溶液（2.19）于水相中，再加5 ml三氯甲烷（2.11），振荡1 min，有机相放入原烧杯。最后再加5 ml三氯甲烷（2.11）于水相中，振荡1 min，有机相并入原烧杯中，弃去水相。

4.4.1.3 在电热板上蒸干杯中有机相，加入3 ml硝酸（2.6）、1 ml高氯酸（2.7），加热充分氧化破坏有机物，蒸发冒高氯酸烟直至干涸，取下，稍冷，加入1 ml硫酸（2.3）溶解杯中物后，用少许水冲洗表皿及杯壁，加热蒸发，冒硫酸烟片刻，取下，稍冷，用少许水冲洗，蒸发，直至冒尽硫酸烟。稍冷，加入2.00ml硫酸（2.3），并微热使杯中物全溶。用水移入125ml梨形分液漏斗中，使最后体

积为20ml。

4.4.1.4 滴加高锰酸钾溶液（2.16）至试液呈淡紫红色不褪，加入1 ml尿素溶液（2.17），滴加亚硝酸钠溶液（2.18）至淡紫红色刚褪，再多加1滴，加入1 ml磷酸（2.8）（每加一种试剂均须混匀）。加入10.00ml钽试剂溶液（2.20），激烈振荡2 min，静置分层后，有机相通过脱脂棉移入2 cm比色皿中。

4.4.1.5 以随同试样所做空白为参比，于分光光度计波长445nm处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的钒量。

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5 ml氢氧化钠溶液（2.12）、5 ml水，加热溶解后，加入15 ml酒石酸钠溶液（2.15）、4滴磷酸（2.8），稍冷。以下按4.4.1.2～4.4.1.5项进行。

4.5 工作曲线的绘制

移取0.00，0.25，0.50，1.00，2.00，4.00，6.00ml钒标准溶液（2.24.3），分别置于一组125ml梨形分液漏斗中，加入2.00ml硫酸（2.3），加水使体积为20ml，以下按4.4.1.4项进行。以试剂空白为参比，测量其吸光度。以钒量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算钒的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的钒量，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中所列允许差。

%

钒　　量	允　许　差
0.0005～0.0015	0.0004
>0.0015～0.0030	0.0007
>0.0030～0.0070	0.0015
>0.007～0.015	0.003
>0.015～0.040	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。

本标准由钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人张月霞、孙观贵。

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。