中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量

UDC 669.27:543
.42:546.76

GB 4324.21—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The diphenylcarbazide photometric method for
the determination of chromium content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铬量的测定。测定范围：0.0002～0.030%。

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

试样用硫酸、硫酸铵分解，以氢氧化铍作载体，在pH8～9共沉淀铬，与主体钨分离。沉淀用硫酸溶解，加入二苯基碳酰二肼与铬形成紫红色络合物，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硫酸铵（优级纯）。

2.2 无水亚硫酸钠。

2.3 硫酸（比重1.84）。

2.4 硫酸（1 N）。

2.5 磷酸（1 + 1）。

2.6 氢氧化钠（优级纯）溶液（40%）。

2.7 叠氮化钠溶液（5 %）。

2.8 硫酸铍溶液（2 %）。

2.9 洗液：1 %硫酸铵溶液，用氢氧化钠溶液（2.6）碱化至pH9。

2.10 高锰酸钾溶液（0.3%）。

2.11 酚酞乙醇溶液（0.1%）。

2.12 二苯基碳酰二肼丙酮溶液（0.5%）。用时配制。

2.13 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.14 铬标准溶液

2.14.1 称取0.2263g预先于140～150℃烘干的重铬酸钾，溶于水中，用水移入1000ml容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含80μg铬。

2.14.2 移取5.00ml铬标准溶液（2.14.1），置于100ml烧杯中，加入20ml水、5 ml硫酸（2.4）、数粒（约3 mg）无水亚硫酸钠（2.2），煮沸驱除二氧化硫，冷却，移入200ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含2 μg铬。

3 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

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

铬，%	试样量，g
0.00020～0.0010	1.000
>0.0010～0.010	0.1000
>0.010～0.030	0.0500

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样（4.2）置于300ml烧杯中，加入6 g硫酸铵（2.1）、10ml硫酸（2.3），加热溶解。

4.4.2 取下稍冷，加入150ml水，混匀，加1滴酚酞乙醇溶液（2.11），用氢氧化钠溶液（2.6）中和至溶液刚变红，再过量12滴，加热，加5 ml硫酸铍溶液（2.8），煮沸2～3 min（此时溶液为pH 8～9），冷却静置1 h，过滤，用热的洗液（2.9）洗涤沉淀及烧杯各5次，用热的25ml硫酸（2.4）溶解沉淀于50ml容量瓶中，用热水洗涤滤纸一次。

4.4.3 加入2 ml磷酸（2.5），混匀，再加6滴高锰酸钾溶液（2.10），混匀，在水浴中加热15～20 min，滴加叠氮化钠溶液(2.7)至溶液红色消失(滴加间隔时间为15s)，冷却，用水稀释至40ml左右，混匀，加入2 ml二苯基碳酰二肼丙酮溶液（2.12），用水稀释至刻度，混匀。将部分溶液移入3 cm比色皿中。

4.4.4 以随同试样所做空白为参比，于分光光度计波长540nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铬量。

4.5 工作曲线的绘制

移取0.00，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00，6.00，7.50ml铬标准溶液（2.14.2），分别置于一组300ml烧杯中，加入3 g硫酸铵（2.1）。以下按4.4.2～4.4.3款进行，以试剂空白为参比，测量其吸光度。以铬量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铬的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的铬量，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所列允许差。

表 2

%

铬　　量	允 许 差
0.00020～0.00050	0.00015
>0.00050～0.00150	0.00030
>0.00150～0.00400	0.00045
>0.0040～0.0080	0.0009
>0.008～0.015	0.002
>0.015～0.030	0.004

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。

本标准主要起草人陈国华。