中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 甲醛肟分光光度法测定锰量

UDC 669.27:543
.42:546.711

GB 4324.22—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The formaldoxime photometric method
for manganese content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中锰量的测定。测定范围：0.0005～0.020%。

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

试样经氢氧化钠、过氧化氢溶解，柠檬酸络合主体钨，盐酸浸出，用甲基异丁基酮萃取铁的硫氰酸盐络合物而分离之，其余干扰杂质用氰化钾掩蔽，控制溶液pH10～11，用甲醛肟盐酸盐显色，测量其吸光度。

2 试剂与材料

2.1 盐酸（比重1.19），优级纯。

2.2 盐酸（3 + 2），优级纯。

2.3 盐酸（1 + 1），优级纯。

2.4 氢氧化铵（比重0.90），高纯。

2.5 氢氧化铵（1 + 1），高纯。

2.6 过氧化氢（比重1.10）。

2.7 甲基异丁基酮。

2.8 氢氧化钠溶液（15%），优级纯。

2.9 柠檬酸溶液（70%）。

2.10 硫氰酸钾溶液（50%）。

2.11 氰化钾溶液（4%）。

2.12 甲醛肟盐酸盐溶液

2.12.1 甲醛肟盐酸盐溶液（8%）：

称取7.0g盐酸羟胺溶于水中，加入8 g甲醛肟盐酸盐，混匀，加入8 ml盐酸（2.1），用水稀释至100ml，混匀。

2.12.2 甲醛肟盐酸盐溶液（2%）：

移取2 ml甲醛肟盐酸盐溶液（2.12.1），加入2 ml氢氧化铵溶液（2.4），用水稀释至8 ml，混匀。用时配制。

2.13 广范pH试纸（pH1～14）。

2.14 二次蒸馏水或离子交换水。

2.15 锰标准溶液

2.15.1 称取0.4000g预先经稀硫酸浸洗，再用无水乙醇荡洗后烘干的金属锰（99.99%），置于250 ml烧杯中，加50ml硫酸（1 + 4），加热溶解后，用水稀释，并补加12ml硫酸（比重1.84），冷

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含400μg锰。

2.15.2 移取10.00ml锰标准溶液（2.15.1），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至约500 ml，加10ml硫酸（比重1.84），冷却，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含4 μg锰。

3 试样

3.1 钨条应粉碎并通过120目筛网。

3.2 钨条、钨粉先在电炉上氧化30min再移入高温炉中于750℃灼烧30min，使其氧化为三氧化钨。

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0.1000～1.000 g试样。

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150ml聚四氟乙烯烧杯中，加入3 ml氢氧化钠溶液（2.8），置于垫有石棉板的低温电炉上加热，待试样基本溶解后滴加5滴过氧化氢（2.6），继续加热至完全溶解并蒸干。赶尽过氧化氢，冷却。

4.4.2 用少量水冲洗，加入7 ml柠檬酸溶液（2.9），混匀，在低温电炉上加热至微沸，取下冷却至室温。

4.4.3 逐滴加入1 ml盐酸（2.2），边加边混匀，于低温电炉上煮沸片刻，取下冷却。

4.4.4 移入60ml分液漏斗中，加入1 ml硫氰酸钾溶液（2.10）混匀，加10ml甲基异丁基酮（2.7）振荡2 min，静置分层，将水相移入另一60 ml分液漏斗中，加入4滴盐酸（2.2）混匀，再用10ml甲基异丁基酮（2.7）振荡2 min，静置分层，将水相移入25ml容量瓶中。萃取时温度应不低于20℃。

4.4.5 加入8～10ml氢氧化铵（2.4）使溶液pH10～11，加入2 ml氰化钾溶液（2.11），混匀，加入1 ml甲醛肟盐酸盐溶液（2.12.2），用水稀释至刻度，混匀，置于60～70℃水浴上显色20min，冷却。

4.4.6 将部分溶液移入3 cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长455nm处测量其吸光度。

4.4.7 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锰量。

4.5 工作曲线的绘制

移取0.00，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00ml锰标准溶液（2.15.2），分别置于一组25ml容量瓶中，滴加氢氧化铵（2.5）使溶液为pH10～11（用广泛pH试纸检查），加入2 ml氰化钾溶液(2.11)，混匀，加入1 ml甲醛肟盐酸盐溶液（2.12.2），用水稀释至刻度，混匀，置于60～70℃水浴上显色20min，冷却。以下按4.4.6款进行。减去试剂空白的吸光度。以锰量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵按式（1）计算锰的百分含量：

$$Mn(\%)=\frac{m_1}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：m_1——从工作曲线上查得的锰量，g；

m——试样量，g。

5.2 钨粉、钨条按式（2）计算锰的百分含量：

$$Mn(\%)=\frac{m_1}{m\times 0.7930}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：m_1——从工作曲线上查得的锰量，g；

m——试样量，g；

0.7930——三氧化钨换算成钨的换算因数。

6 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。

%

锰　　量	允　许　差
0.00050~0.00150	0.00030
>0.00150~0.00250	0.00075
>0.0025~0.0050	0.0010
>0.0050~0.0080	0.0017
>0.0080~0.0200	0.0025

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。

本标准由南昌硬质合金厂起草。

本标准主要起草人孙孝勇、郑秀宜、舒效丹。

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。