中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 铍为载带沉淀剂－钼蓝光度法测定磷量

UDC 669.27:543
.42:546.18

GB 4324.24—84

Methods for chemical analysis of tungsten The berylium as carrier precipitation agent - molybdenum blue photometric method for the determination of phosphorus content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中磷量的测定，测定范围：0.0002～0.018％。

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

钨粉、钨条以过氧化氢分解（三氧化钨、钨酸和仲钨酸铵用氢氧化钾溶解）并络合主体钨，以氢氧化铵调至氨性，在2.2N左右的氨性溶液中以乙二胺四乙酸二钠络合铁、锰、铜、镁等杂质，以铍载带磷，而与其他杂质分离。在硫酸介质中，磷与钼酸铵形成磷钼黄杂多酸，用正丁醇－三氯甲烷混合溶剂萃取，以氯化亚锡还原成磷钼蓝，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氯化钾。

2.2 正丁醇。

2.3 过氧化氢（比重1.10）。

2.4 氢氧化铵（比重0.90）。

2.5 硫酸（1.2N）。

2.6 盐酸（1＋1）。

2.7 乙二胺四乙酸二钠溶液（1％）。

2.8 对硝基酚溶液（1％）。

2.9 氢氧化钾溶液（20％）。

2.10 硫酸铍溶液（2％）：称取20g硫酸铍溶于硫酸（2.5）中，并用硫酸（2.5）稀释至1000ml，混匀后，移入2000ml分液漏斗中，用移液管加入40ml钼酸铵（2.11），混匀，放置30min，溶液用正丁醇（2.2）饱和（每100ml溶液加7～8ml正丁醇），振荡1min，加入40ml正丁醇－三氯甲烷混合萃取剂（2.12），振荡2.5min，静置分层，弃去有机相，再重复萃取一次，将水相移入试剂瓶中，备用。

2.11 钼酸铵溶液（10％）。

2.12 正丁醇－三氯甲烷混合萃取剂：1体积正丁醇（2.2）与3体积三氯甲烷混合。

2.13 氯化亚锡溶液（10％）：称取1g氯化亚锡溶于10ml盐酸（2.6）中，用时配制。

2.14 洗涤液：在1000ml水中加入5ml氢氧化铵（2.4）和1g氯化铵，混匀，备用。

2.15 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

2.16 磷标准溶液

2.16.1 称取0.4393g预先在105～110℃烘1 h的磷酸二氢钾基准试剂，溶于100 ml水中，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.10 mg磷。

2.16.2 移取5.00ml磷标准溶液（2.16.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5 μg磷。

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

按表1称取试样量。

表 1

磷，%	试样量，g
0.0002～0.001	1.000
>0.001～0.002	0.2000
>0.002～0.010	0.1000
>0.010～0.018	0.0500

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250ml烧杯中，加入10ml过氧化氢（2.3），徐徐加热，待剧烈反应停止后，继续加热使试样完全分解，煮沸至冒大气泡（体积控制在5 ml以下），取下。

4.4.1.2 用水冲洗表皿及杯壁，并稀释至40ml左右，滴加1滴对硝基酚溶液（2.8），用氢氧化铵（2.4）调至碱性，并过量16ml，加入2 ml乙二胺四乙酸二钠溶液（2.7），混匀，用水稀释至100ml。

4.4.1.3 加入10ml硫酸铍溶液（2.10）（边加边搅拌），使沉淀完全，移至电炉上加热煮沸并保持微沸5 min，取下，冷却30min。用快速定量滤纸过滤，用洗涤液（2.14）洗烧杯3～4次，洗沉淀5～7次。沉淀用硫酸（2.5）溶解于125ml分液漏斗中并稀释至50ml，混匀。

4.4.1.4 加入10ml钼酸铵溶液（2.11），混匀，放置10min，溶液用4 ml正丁醇（2.2）饱和，振荡1 min，加入14 ml正丁醇－三氯甲烷混合萃取剂（2.12），振荡2.5min，静置分层，将有机相移入50ml干燥的比色管中，用正丁醇（2.2）稀释至25ml，混匀，加入1滴氯化亚锡溶液（2.13），混匀。

4.4.1.5 将部分溶液移入3 cm比色皿中，以正丁醇（2.2）为参比，于分光光度计波长620nm处测量其吸光度。

4.4.1.6 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磷量。

4.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

4.4.2.1 将试样（4.2）置于250ml烧杯中，加入10ml氢氧化钾溶液（2.9），加热至试样完全溶解，取下。用水冲洗表皿及杯壁（此时体积控制在约40ml），加入0.5g氯化钾（2.1），煮沸至冒大气泡，取下。

4.4.2.2 用水冲洗表皿及杯壁，加入5ml过氧化氢（2.3），激烈搅拌，加入2ml乙二胺四乙酸二钠溶液（2.7），混匀，稍冷。

4.4.2.3 滴加1滴对硝基酚溶液（2.8），用盐酸（2.6）中和至无色，然后用氢氧化铵（2.4）调至碱性，并过量16ml，用水稀释至100ml。以下按4.4.1.3～4.4.1.6项进行。

4.5 工作曲线的绘制

移取0.00，0.20，0.60，1.00，1.40，1.80，2.40ml磷标准溶液（2.16.2），分别置于一组125ml分液漏斗中，加10ml硫酸（2.5），用水稀释至50ml。以下按4.4.1.4～4.4.1.5项进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以磷量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的磷量，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 %

磷量	允许差	磷量	允许差
0.00020～0.00040	0.00015	>0.0045～0.0060	0.0010
>0.0004～0.0008	0.0002	>0.0060～0.0080	0.0012
>0.0008～0.0015	0.0004	>0.0080～0.0120	0.0018
>0.0015～0.0030	0.0006	>0.012～0.018	0.002
>0.0030～0.0045	0.0008		

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道范。

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。