中华人民共和国国家标准

UDC 669.27:543
.42:546.86

GB 4324.4—84

钨化学分析方法 孔雀绿光度法测定锑量

Methods for chemical analysis of tungsten The malachite green photometric method for the determination of antimony content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中锑量的测定。测定范围：0.00005～0.005%。

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

试样以过氧化氢和氢氧化钠溶解，加酒石酸络合主体钨，在约1.8N硫酸酸度下，以汞（Ⅱ）为载体，用硫代乙酰胺共沉淀分离锑。在7N盐酸中，锑经氯化亚锡还原、亚硝酸钠氧化生成锑的氯络阴离子与孔雀绿在约2N盐酸介质中形成络合物，用甲苯萃取，于分光光度计波长636nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硫代乙酰胺。

2.2 甲苯。

2.3 过氧化氢（比重1.10）。

2.4 硫酸（比重1.84），优级纯。

2.5 硫酸（1＋1），优级纯。

2.6 硝酸（比重1.42），优级纯。

2.7 盐酸（比重1.19），优级纯。

2.8 盐酸（7N）：取700ml盐酸（2.7），加入500ml水，混匀。

2.9 高氯酸（比重1.67）。

2.10 氢氧化铵（比重0.90）。

2.11 氢氧化钠溶液（10%），优级纯。

2.12 酒石酸溶液（50%）：称取500g酒石酸溶于700ml温水中，加水稀释至1000ml，混匀。

2.13 硝酸汞溶液（1%）：称取1g硝酸汞〔$Hg(NO_3)_2 \cdot \frac{1}{2}H_2O$〕，置于250ml烧杯中，加入100ml水、数滴硝酸（2.6），温热溶解。

2.14 混合洗液：移取10ml酒石酸溶液（2.12）、10ml硫酸（2.5），置于80ml水中，混匀，加入约0.2g硫代乙酰胺（2.1），混匀。用时配制。

2.15 氯化亚锡溶液（10%）：称取2g氯化亚锡溶于20ml盐酸（2.8）中，混匀。用时配制。

2.16 亚硝酸钠溶液（10%）。

2.17 尿素溶液（50%）。

2.18 孔雀绿溶液（0.2%）：称取0.2g孔雀绿，溶于100ml水中，过滤后使用。

2.19 溴百里酚蓝溶液（0.1%）：称取0.1g溴百里酚蓝，置于100ml烧杯中，加入3.2ml 0.05N氢氧化钠溶液，用玻璃棒研匀，加水溶解并稀释至100ml，混匀。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

2.20 锑标准溶液

2.20.1 称取0.0250g金属锑（99.9%以上），置于100ml烧杯中，加入5 ml硫酸（2.4），加热溶解，冷却，以20ml水稀释，加入20ml硫酸（2.4），冷却，移入250ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg锑。

2.20.2 移取5.00ml锑标准溶液（2.20.1），置于250ml容量瓶中，以盐酸（2.8）稀释至刻度，混匀，此溶液1 ml含2 μg锑。

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

锑，%	试样量，g
0.00005～0.0005	1.000
>0.0005～0.001	0.5000
>0.001～0.002	0.2000
>0.002～0.005	0.1000

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200ml烧杯中，用2～3 ml水润湿，加入2 ml过氧化氢（2.3）并不断摇动，待剧烈反应减弱后，再加入6 ml过氧化氢（2.3），微热至试样完全分解〔必要时，再补加4～10ml过氧化氢（2.3）〕，加入1 ml硫酸（2.5），2 ml硝酸（2.6），低温加热煮沸5～10min，然后蒸发至刚冒硫酸烟，用少量水冲洗表皿及杯壁，再蒸发至冒硫酸烟，取下，冷却。

4.4.1.2 加入10～15ml氢氧化钠溶液（2.11），加热使钨酸沉淀溶解，加入20ml酒石酸溶液（2.12），煮沸5 min，加热水稀释至体积约为120 ml，加入4滴溴百里酚蓝溶液（2.19），滴加氢氧化铵（2.10）中和至溶液恰变为浅蓝色，加入15ml硫酸（2.5）、2 ml硝酸汞溶液（2.13），补加热水至总体积约为150ml，加入0.5～0.6g硫代乙酰胺（2.1），搅拌使之溶解，低温加热煮沸2 min，温处放置约1 h，以中速定量滤纸过滤，用热混合洗液（2.14）洗烧杯3次，洗沉淀5～6次，将沉淀连同滤纸移入原烧杯中，加入2 ml盐酸（2.7）、15～18ml硝酸（2.6）、0.5ml高氯酸（2.9）、2 ml硫酸（2.4），加热溶解沉淀并破坏滤纸，蒸发至冒硫酸烟，用少量水冲洗表皿及杯壁，继续蒸发冒硫酸烟至湿盐状（使残余硫酸量约为0.1～0.2ml），取下，冷却。加入5 ml盐酸（2.8），放置5～10 min，使盐类溶解。

4.4.1.3 加入10滴（约0.5ml）氯化亚锡溶液（2.15），混匀，放置2～5 min，加入20滴（约1 ml）亚硝酸钠溶液（2.16），混匀，放置2～4 min，加入20滴（约1 ml）尿素溶液（2.17），摇动至大量气泡消失（约30s），立即移入100ml分液漏斗中，用15ml水分数次洗烧杯壁，并入分液漏斗中。

4.4.1.4 立即加入10.00ml甲苯（2.2）、10滴（约0.5ml）孔雀绿溶液（2.18），振荡1 min，静置分层，弃去水相，有机相经脱脂棉过滤于2 cm比色皿中，以甲苯（2.2）为参比，于分光光度计波长636nm处测量其吸光度。

4.4.1.5 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锑量。

4.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试样（4.2）置于200ml烧杯中，加入10ml水、1 ml硫酸（2.5）、2 ml硝酸（2.6），低温加热煮沸5～10min，然后蒸发至刚冒硫酸烟，用少量水冲洗表皿及杯壁，再蒸发至冒硫酸烟，取下，冷却。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0.00，0.25，0.50，1.00，2.00，3.00ml锑标准溶液（2.20.2），分别置于一组100ml分液漏斗中，补加盐酸（2.8）至总体积为5 ml，加入10滴（约0.5 ml）氯化亚锡溶液（2.15），混匀，放置2～5 min，加入20滴（约1 ml）亚硝酸钠溶液（2.16），混匀，放置2～4 min，加入20滴（约1 ml）尿素溶液（2.17），摇动至大量气泡消失（约30s），加入15ml水。以下按4.4.1.4项进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以锑量为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算锑的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的锑量，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 %

锑　　量	允　许　差
0.00005～0.00010	0.00005
>0.00010～0.00020	0.00008
>0.00020～0.00040	0.00016
>0.0004～0.0008	0.0003
>0.0008～0.0012	0.0004
>0.0012～0.0020	0.0005
>0.0020～0.0030	0.0007
>0.0030～0.0050	0.0010

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。

本标准主要起草人毛希敬、凌琦。

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。