中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 钼蓝光度法测定砷量

UDC 669.27:543.42:546.19

GB 4324.5—84

Methods for chemical analysis of tungsten The molybdenum blue photometric method for the determination of arsenic content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中砷量的测定。测定范围：0.00008～0.020%。

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

试样用过氧化氢或氢氧化钠溶解，以氢氧化铍为载体，用氢氧化铵沉淀砷；再经碘化物萃取分离，以砷钼蓝进行光度测定。

2 试剂

2.1 盐酸（比重1.19），优级纯。

2.2 硝酸（比重1.42），优级纯。

2.3 苯。

2.4 过氧化氢（比重1.10）。

2.5 氢氧化铵（比重0.90）。

2.6 氢氧化铵（1＋50）。

2.7 硫酸（10N）。

2.8 硫酸（0.8N）。

2.9 氢氧化钠溶液（10%），优级纯。

2.10 硫酸铍溶液：称取20g硫酸铍（$BeSO_4 \cdot 4H_2O$），置于烧杯中，加200ml水溶解，加20ml硫酸（1＋1），用水稀释至1000ml。此溶液1 ml含1 mg铍。

2.11 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液（10%）：称取50g EDTA，置于烧杯中，加约400ml水，加热溶解，冷却，用水稀释至500ml，混匀。

2.12 碘化钾溶液（5 M）：称取83g碘化钾，置于烧杯中，加适量水溶解并稀释至100ml，混匀。用时配制。

2.13 萃取洗涤液：用十份硫酸（2.7）与一份碘化钾溶液（2.12）相混合。用时配制。

2.14 高锰酸钾溶液（1.5%）。

2.15 亚硫酸钠溶液（3 %）。用时配制。

2.16 钼酸铵溶液（1 %）。

2.17 硫酸肼溶液（0.06%）。

2.18 砷标准溶液

2.18.1 称取0.1320g预先经110℃烘干之三氧化二砷基准试剂，置于烧杯中，加2 ml氢氧化钠溶液（1 N）溶解，徐徐加入10ml硝酸（比重1.42），于130℃以下的电热板上蒸干，保温约30min，冷却。加水溶解，用水移入100ml容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1.0mg砷。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

2.18.2 移取5.00ml砷标准溶液（2.18.1），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5μg砷。

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

砷，%	试样量，g
0.00008 ~0.0008	2.000
>0.0008~0.0020	1.000
>0.0020~0.0060	0.3000
>0.0060~0.020	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300ml石英烧杯中，加2 ml水润湿，盖上表皿，在不断摇动下，徐徐加入10～40ml过氧化氢（2.4），放置或微热，待剧烈反应减弱后，再加5 ml过氧化氢（2.4），溶解至清亮，煮沸后在较低温度下蒸至干涸，加5～15ml氢氧化钠溶液（2.9），加热溶解至清亮。

4.4.1.2 加入5 ml硝酸（2.2）、5 ml盐酸（2.1），于电热板上加热保持微沸约20min(摇动数次，使黄色钨酸析出)。加入10ml硫酸铍溶液（2.10），加入22ml（2 g试样时加44ml）近沸的EDTA溶液（2.11），补加近沸的水至体积约为130ml。

4.4.1.3 于电热板上加热至近沸，在保温情况下，加氢氧化铵（2.5）至钨酸溶解并出现氢氧化铍沉淀，再过量10ml。煮沸1～2 min，置于冷水中冷却。用直径约为9.5cm的中速定量滤纸过滤，以氢氧化铵（2.6）洗涤烧杯及沉淀各5～6次，再用水洗5～6次。弃去滤液及洗液。

4.4.1.4 用30ml硫酸（2.7）分多次将沉淀溶解于分液漏斗中（同时将石英烧杯中的沉淀溶解并入）。加3 ml碘化钾溶液（2.12），混匀，加20ml苯（2:3），振荡2 min，静置分层，弃去水相，有机相用10ml萃取洗涤液（2.13）洗涤振荡10s，弃去水相，再重复洗涤一次。加入8.00ml硫酸（2.8），振荡1 min，静置分层，将水相放入25ml容量瓶中。再用10ml水反萃取1 min，将水相并入容量瓶中。

4.4.1.5 滴加约0.8ml高锰酸钾溶液(2.14)至呈稳定红色，放置5 min。滴加亚硫酸钠溶液（2.15）至红色消失，振荡溶液，使析出的碘全部溶解退色，再过量1～2滴。加入1.25ml钼酸铵溶液(2.16)、1.25ml硫酸肼溶液（2.17），以水稀释至刻度，混匀。置于沸水浴中加热10min。取出，用冷水冷却至室温。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850nm处测量其吸光度。

4.4.1.6 减去随同试样空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

4.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试样（4.2）置于300ml石英烧杯中，加入5～15ml氢氧化钠溶液（2.9），加热溶解至清亮。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0.00，0.20，0.40，0.60，1.00，2.00，3.00，4.00ml砷标准溶液（2.18.2），分别置于一组300ml烧杯中，加入5 ml EDTA溶液(2.11)、10ml硫酸铵溶液(2.10)，加水至体积约为130ml。以下按4.4.1.3～4.4.1.5项进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以砷量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算砷的百分含量

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的砷量，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 %

砷　　量	允　许　差
0.00008～0.00050	0.00008
>0.00050～0.00080	0.00030
>0.00080～0.00150	0.00035
>0.0015～0.0050	0.0006
>0.0050～0.0200	0.0015

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。

本标准主要起草人朱成德、任贵元。