中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量

UDC 669.27:543
.42:546.72
GB 4324.6—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The ortho-phenanthroline photometric method for
the determination of iron content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铁量的测定。测定范围：0.0005～0.10%。

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

试样经硫酸－硫酸铵分解，以柠檬酸络合钨，在pH7时，用盐酸羟胺还原铁，铁（Ⅱ）与邻二氮杂菲生成橙红色络合物，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 碘化钾。

2.2 三氯甲烷。

2.3 硫酸（比重1.84），优级纯。

2.4 氢氧化铵（比重0.90）。

2.5 高氯酸钠溶液：移取200ml高氯酸（1＋1），用40%氢氧化钠溶液调至pH7（用pH试纸检查）。

2.6 硫酸铵溶液(50%)。提纯步骤如下：称取250g硫酸铵溶于400ml水中，用氢氧化铵（2.4）调至pH7（用pH试纸检查），加入2.5ml高氯酸钠溶液（2.5）、2 ml盐酸羟胺溶液（2.8），3 ml邻二氮杂菲溶液（2.7），加热煮沸，加入3 g碘化钾，待溶解后，用快速定量滤纸过滤于分液漏斗中，并用水稀释至500ml，加20～30ml三氯甲烷（2.2），振荡2 min，静置分层后，弃去有机相，水相反复用三氯甲烷（2.2）萃取至有机相无色为止，水相放入试剂瓶中，备用。

2.7 邻二氮杂菲溶液(0.3%)：称取0.3g邻二氮杂菲置于300ml烧杯中，加10ml乙醇，溶解后用水稀释至100ml，混匀。

2.8 盐酸羟胺溶液（20%）。提纯步骤如下：称取50g盐酸羟胺置于500ml烧杯中，加150ml水溶解，用氢氧化铵（2.4）调至pH7（用pH试纸检查），加入20ml邻二氮杂菲溶液（2.7），加热至沸，取下冷却，加3 g碘化钾（2.1），溶解后，用水移入分液漏斗中并稀释至250ml，用三氯甲烷（2.2）萃取数次（每次20ml，振荡2 min），直至有机相无色为止。弃去有机相，水相放入试剂瓶中，备用。

2.9 柠檬酸溶液（50%）。提纯步骤如下：称取250g柠檬酸，置于1000ml烧杯中，加200ml水溶解，用氢氧化铵（2.4）调至pH7（用pH试纸检查），依次加入2.5ml高氯酸钠溶液（2.5）、2 g盐酸羟胺、20ml邻二氮杂菲溶液（2.7），加热煮沸，加入3 g碘化钾（2.1），溶解后，用快速定量滤纸过滤于分液漏斗中，并用水稀释至500 ml，用三氯甲烷（2.2）萃取数次（每次20ml，振荡2 min），直至有机相无色为止，弃去有机相，水相放入试剂瓶中，备用。

2.10 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液（10%）：称取10gEDTA（优级纯）于250ml烧杯中，加90ml水，加热（50～60℃）溶解后，用氢氧化铵（2.4）调至pH7（用pH试纸检查），并用水稀

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

释至100ml，混匀，备用。

2.11 铁标准溶液

2.11.1 称取0.1000g纯铁（99.99%），置于300ml烧杯中，加20ml硫酸（1 + 1），加热溶解后，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.10mg铁。

2.11.2 移取10.00ml铁标准溶液（2.11.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10μg铁。

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

称取0.1000～0.5000g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锥形瓶中，加入8 ml硫酸铵溶液（2.6）和4 ml硫酸（2.3）加热溶解，取下冷却。

4.4.2 加入8 ml柠檬酸溶液（2.9），混匀，再加入10ml氢氧化铵（2.4），10ml水，煮沸1～2 min，取下冷却。

4.4.3 加2 mlEDTA溶液（2.10），用氢氧化铵（2.4）调至pH7（用pH试纸检查），加3 ml盐酸羟胺溶液（2.8）、2 ml邻二氮杂菲溶液（2.7），混匀，在60～70℃水浴中保温15min，取出，冷却至室温，用水移入50ml容量瓶中并稀释至刻度，混匀。

4.4.4 将部分溶液移入2 cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。

4.4.5 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铁量。

4.5 工作曲线的绘制

移取0.00，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00，6.00ml铁标准溶液（2.11.2），分别置于一组50ml容量瓶中，加入2 ml柠檬酸溶液（2.9），溶液体积保持在30ml左右。以下按4.4.3～4.4.4款进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以铁量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铁的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的铁量，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下表所列允许差。

%

铁　　量	允 许 差
0.0005～0.0020	0.0004
>0.0020～0.0040	0.0008
>0.0040～0.0080	0.0015
>0.0080～0.0200	0.0025
>0.020～0.040	0.006
>0.040～0.100	0.012

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。

本标准由本溪市钨钼制品厂起草。

本标准主要起草人李秀云、刑晓明。

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。