

# 电真空用锆粉化学分析方法 磺基水杨酸光度法测定铁

UDC 669.296-492  
.2:543.42  
:546.72  
GB 3256.2-82

Chemical analysis of zirconium powder  
for electro-vacuum uses  
The sulfosalicylic acid photometric method  
for determination of iron

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》。

本标准适用于电真空用锆粉中铁量的测定。测定范围：0.02~0.50%。

## 1 方法提要

试样用硫酸—硫酸铵分解，在pH8~11的氨性溶液中，铁与磺基水杨酸生成黄色络合物，于分光光度计425nm处测量其吸光度。

锆基体无干扰。待测溶液中含铝、钛、钙、镁各500微克，铜、镍各100微克和锰20微克不干扰测定。锰量大于20微克时可加入盐酸羟胺消除其影响。

## 2 试剂

2.1 硫酸铵。

2.2 硫酸（比重1.84）。

2.3 硝酸（1+1）。

2.4 盐酸（1+1）。

2.5 氨水（1+1）。

2.6 磺基水杨酸溶液（25%）。

2.7 盐酸羟胺溶液（10%）。

2.8 铁标准溶液：

2.8.1 称取0.5000克纯铁粉，置于200毫升烧杯中，加入20毫升硝酸（2.3），盖上表面皿，加热溶解并煮沸除去氮的氧化物，取下冷却，移入500毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含1000微克铁。

2.8.2 移取10.00毫升铁标准溶液（2.8.1），置于100毫升容量瓶中，加入2毫升盐酸（2.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含100微克铁。

## 3 分析步骤

3.1 称取0.1000克试样，置于100毫升烧杯中。随同试样做空白。

3.2 加入2~3毫升硫酸（2.2）、2克硫酸铵（2.1），盖上表面皿，加热至试样溶解。取下稍冷，用水吹洗表面皿和烧杯壁，微热溶解盐类，取下冷却至室温，移入100毫升容量瓶中。

3.3 加入15毫升磺基水杨酸溶液（2.6）、3毫升盐酸羟胺溶液（2.7），混匀。

3.4 用氨水（2.5）中和至溶液呈现黄色并过量2毫升，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

注：随同试样做的空白溶液在用氨水（2.5）中和时需用pH试纸检查。使溶液pH8~11。

3.5 将部分溶液移入 1 或 3 厘米比色皿中,以随同试样空白为参比,于分光光度计 425nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

#### 4 工作曲线的绘制

移取 0.00、0.20、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00 毫升铁标准溶液 (2.8.2), 分别置于一组 100 毫升容量瓶中,用水稀释至约 40 毫升。以下从分析步骤 3.3 条开始进行。以试剂空白为参比,测量其吸光度。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:

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

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的铁量, 克;

$m$ ——称样量, 克。

#### 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。

		%
含 铁 量	允 许 差	
0.020~0.080	0.006	
>0.080~0.150	0.012	
>0.150~0.300	0.025	
>0.300~0.500	0.030	

#### 附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准主要起草人狄凤桐、刘秀英。