



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.6—2012
代替 GB/T 4324.6—1984

钨化学分析方法 第6部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 6: Determination of iron content—
1,10-phenanthroline spectrophotometry

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钨化学分析方法
第 6 部分:铁量的测定
邻二氮杂菲分光光度法
GB/T 4324.6—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47171 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 个部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法；
- 第 9 部分：镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法；
- 第 15 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 16 部分：灼烧损失量的测定 重量法；
- 第 17 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钽量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：钷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 22 部分：锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法；
- 第 24 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法；
- 第 27 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 28 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4324.6—1984《钨化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》。本部分与 GB/T 4324.6—1984 相比，主要技术变化如下：

- 适用范围增加了“蓝钨、紫钨、偏钨酸铵及碳化钨”；
- 测定数量由“称取三份测定”改为“独立地进行两次测定”；
- 补充了精密度条款；
- 增加了“前言”及“试验报告”内容，并对标准格式进行了编辑性修改。

GB/T 4324.6—2012

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:西北有色金属研究院、西安凯立化工有限公司、西部金属材料股份有限公司、赣州有色冶金研究所、深圳市格林美高新技术股份有限公司、本溪市钨钼制品厂。

本部分主要起草人:禄妮、李波、张之翔、张丹莉、朱丽、李娟、李佗、谢璐、杜彩云、马琳、李秀云、刑晓明、曾永康。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.6—1984。

钨化学分析方法

第6部分:铁量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨中铁量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵及碳化物中铁量的测定,测定范围为 0.000 5%~0.10%。

2 方法提要

试料经硫酸-硫酸铵分解,以柠檬酸络合钨,在 $\text{pH}=7$ 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。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 碘化钾。
- 3.2 三氯甲烷。
- 3.3 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$),优级纯。
- 3.4 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)。
- 3.5 高氯酸钠溶液:移取 200 mL 高氯酸(1+1),用氢氧化钠溶液(400 g/L)调至 $\text{pH}=7$ (用 pH 试纸检查)。
- 3.6 邻二氮杂菲溶液(3 g/L):称取 0.3 g 邻二氮杂菲置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 乙醇,溶解后用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.7 盐酸羟胺溶液(200 g/L)。提纯步骤如下:称取 50 g 盐酸羟胺置于 500 mL 烧杯中,加入 150 mL 水溶解,用氨水(3.4)调至 $\text{pH}=7$ (用 pH 试纸检查),加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液(3.6),加热煮沸,取下冷却,加 3 g 碘化钾(3.1),溶解后,用水移入分液漏斗中并稀释至 250 mL,用三氯甲烷(3.2)萃取数次(每次 20 mL,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。
- 3.8 硫酸铵溶液(500 g/L)。提纯步骤如下:称取 250 g 硫酸铵溶于 400 mL 水中,用氨水(3.4)调至 $\text{pH}=7$ (用 pH 试纸检查),加入 2.5 mL 高氯酸钠溶液(3.5)、2 mL 盐酸羟胺溶液(3.7)、3 mL 邻二氮杂菲溶液(3.6),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 500 mL。加 20 mL~30 mL 三氯甲烷(3.2),振荡 2 min,静止分层后,弃去有机相,水相反复用三氯甲烷(3.2)萃取至有机相无色为止,水相放入试剂瓶中,备用。
- 3.9 柠檬酸溶液(500 g/L)。提纯步骤如下:称取 250 g 柠檬酸,置于 1 000 mL 烧杯中,加 200 mL 水溶解,用氨水(3.4)调至 $\text{pH}=7$ (用 pH 试纸检查),加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液(3.7),加热煮沸,加入 3 g 碘化钾(3.1),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(3.2)萃取数次(每次 20 mL,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。

3.10 乙二胺四乙酸钠(EDTA)溶液(100 g/L):称取 10 g EDTA(优级纯)于 250 mL 烧杯中,加 90 mL 水,加热(50 ℃~60 ℃)溶解后,用氨水(3.4)调至 pH=7(用 pH 试纸检查),并用水稀释至 100 mL,混匀,备用。

3.11 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铁($w_{Fe} \geq 99.99\%$),置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(1+1),加热溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

3.12 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(3.11)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

钨条应粉碎并通过 0.125 mm 筛网。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铁的质量分数/%	0.000 5~0.010	>0.010~0.10
试样量/g	0.500	0.100

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 锥形瓶中,加入 8 mL 硫酸铵溶液(3.8)和 4 mL 硫酸(3.3),加热溶解,取下冷却。

6.4.2 加入 8 mL 柠檬酸溶液(3.9),混匀,再加入 10 mL 氨水(3.4)、10 mL 水,煮沸 1 min~2 min,取下冷却。

6.4.3 加入 2 mL EDTA 溶液(3.10),用氨水(3.4)调至 pH=7(用 pH 试纸检查),加 3 mL 盐酸羟胺溶液(3.7)、2 mL 邻二氮杂菲溶液(3.6),混匀,在 60 ℃~70 ℃ 水浴中保温 15 min,取出,冷却至室温,用水移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

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

6.4.5 减去随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL、12.00 mL 铁标准溶液(3.12),分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 8 mL 柠檬酸溶液(3.9),溶液体积保持在 30 mL 左右。以下按 6.4.3~6.4.4 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。

7 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{m_0 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——从工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法获得。

表 2

铁的质量分数/%	0.000 8	0.005 0	0.010	0.060
重复性限/%	0.000 2	0.000 8	0.002	0.006

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

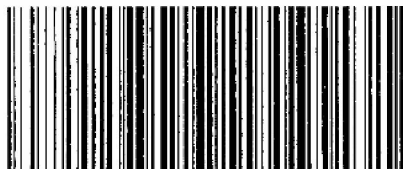
表 3

铁的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.002 0	0.000 4
>0.002 0~0.004 0	0.000 8
>0.004 0~0.008 0	0.001 5
>0.008 0~0.020	0.002 5
>0.020~0.040	0.006
>0.040~0.10	0.012

9 试验报告

试验报告包括下列内容：

- 试样；
 - 使用的标准(包括发布或出版年号)；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-



GB/T 4324.6-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47171

定价: 14.00 元