

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法

双环己酮草酰二脒光度法测定铜量

UDC 669.1527
:543.06

GB 7731.3—87

Methods for chemical analysis of ferrotungsten
The bis(cyclohexanone)oxalyldihydrazone photometric
method for the determination of copper content

本标准适用于钨铁中铜量的测定。测定范围：小于0.25%。

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

试样以氢氟酸和硝酸分解，高氯酸处理冒白烟后，以水溶解可溶性盐类，分离出大部分钨后，以柠檬酸和氢氧化铵调节酸度，加 BCO 反应后测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氢氟酸($\rho=1.15\text{g/mL}$)。

2.2 硝酸(1+1)。

2.3 高氯酸($\rho=1.67\text{g/mL}$)。

2.4 氢氧化铵(1+1)。

2.5 高氯酸铁溶液(约5mg Fe/mL)，称取0.5g 电解铁，置于300mL 烧杯中，加入20mL 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)，盖上表皿。滴加过氧化氢，($\rho=1.10\text{g/mL}$)使其分解再过量5mL，加热蒸发至溶液约为5mL，冷却，用25mL 盐酸(10+6)将其移于200mL 分液漏斗中，加入30mL 甲基异丁基酮，振荡约1min，静置分层，下层水相移入原烧杯中。在分液漏斗中加入10mL 水，同上述操作。将水相移于原烧杯中，弃去有机相，在溶液中加入10mL 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)，加热挥发大部分有机相，加入5mL 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)、20mL 高氯酸(2.3)，加热蒸发至冒高氯酸浓白烟，继续加热约3min 至溶液清亮，冷却后，以水稀释至100mL，混匀。

2.6 柠檬酸溶液(20%)。

2.7 双环己酮草酰二脒(BCO)溶液：称取0.25g BCO 置于烧杯中，加入20mL 甲醇和数毫升水，边用玻璃棒压碎 BCO 边加热溶解，冷却至室温，移入500mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。当有不溶残渣时应过滤，此溶液可以保存两星期。

2.8 铜标准溶液($10\mu\text{g Cu/mL}$)：称取1.0000g 纯铜置于300mL 烧杯中，加入100mL 水、15mL 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)和10mL 硫酸(1+1)，加热溶解并冒硫酸白烟，放冷。以少量水溶解后移入1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。当使用时准确移取部分溶液，以水准确稀释100倍，混匀，作为铜的标准溶液。

2.9 酚酞乙醇溶液(0.2%)。

3 试样

中华人民共和国冶金工业部 1987-03-31 批准

1987-03-01 实施

GB 7731.3-87

试样应通过0.088mm筛孔。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取0.5000g试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于铂皿中,加入10mL氢氟酸(2.1),缓慢滴加2~3mL硝酸(2.2)分解试样,加入10mL高氯酸(2.3)加热蒸发冒高氯酸白烟2~3min。放冷,加入约20mL温水,加热溶解可溶性盐类,移入100mL容量瓶中,冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。

4.3.2 将溶液以双层滤纸干过滤于200mL烧杯中,分取10.00mL溶液于100mL烧杯中,加入2mL柠檬酸溶液(2.6)、4滴酚酞乙醇溶液(2.9),滴加氢氧化铵(2.4)至溶液呈红色(此时pH值为8.9~9.2),用少量水移溶液于50mL容量瓶中,加入20mLBCO溶液(2.7)摇动,以水稀释至刻度,混匀。放置约3min(这时吸光度为最高,在20~30℃能稳定15min左右)。

4.3.3 将部分溶液(4.3.2)移于比色皿中,在波长600nm处,以水为参比测其吸光度。

4.3.4 减去随同试样空白吸光度,从工作曲线上查出相应的铜量。

4.4 工作曲线的绘制

移取0、1.00、3.00、5.00、10.00、15.00mL铜标准溶液(2.8),分别置于一组50mL容量瓶中,各加入2mL除铜高氯酸铁溶液(2.5),以下按4.3.2款中自“加入2mL柠檬酸”至4.3.3款进行。减去试剂空白吸光度,以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{m_1}{m_0 r} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铜量,g;

m_0 ——试样量,g;

r ——试液分取比。

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。

铜 量	允 许 差
≤0.08	0.008
>0.08~0.17	0.012
>0.17~0.25	0.015

%

GB 7731.3—87

附加说明:

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 583—65《钨铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7731.3—87 I