

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法
罗丹明 B 光度法测定锑量UDC 669.15.27
:543.06

GB 7731.8-87

Methods for chemical analysis of ferrotungsten
The tetraethylrhodamine photometric method
for the determination of antimony content

本标准适用于钨铁中锑量的测定。测定范围：小于0.06%。

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

试样以过氧化钠熔融，用水浸出，在含酒石酸的硫酸酸性溶液中，通入硫化氢使锑与铜、砷共沉淀，进行分离，沉淀以硝酸和硫酸处理，加入硫酸锰和高锰酸钾使锑与二氧化锰共沉淀，过滤分离，沉淀以硫酸和过氧化氢溶解，加硫酸铈使锑氧化后，以异丙醚萃取，加罗丹明 B，使锑发色测量其吸光度。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠(固体)。
- 2.2 无水碳酸钠(固体)。
- 2.3 酒石酸(固体)。
- 2.4 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)。
- 2.5 盐酸(1+1)。
- 2.6 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)。
- 2.7 硝酸(1+1)。
- 2.8 硫酸($\rho=1.84\text{g/mL}$)。
- 2.9 硫酸(1+1)。
- 2.10 硫酸(1+2)。
- 2.11 硫酸-过氧化氢混合液：若使用时，用100mL 硫酸(1+6)和2mL 过氧化氢混合。
- 2.12 氢氧化铵($\rho=0.90\text{g/mL}$)。
- 2.13 硫化氢。
- 2.14 高锰酸钾溶液(3%)。
- 2.15 硫酸锰溶液：称取50g 硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot 4 \sim 7\text{H}_2\text{O}$)以水稀释至100mL，混匀。
- 2.16 硫酸铈溶液：称取3g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于100mL 硫酸(1+35)中，混匀。
- 2.17 硫酸铜溶液(0.2%)。
- 2.18 酒石酸洗液：称取1g 酒石酸溶解于用硫化氢饱和的100mL 硫酸(1+100)中。
- 2.19 罗丹明 B 溶液：称取0.02g 罗丹明 B($\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{ClN}_2\text{O}_3$)，溶解于100mL 硫酸(1+35)中，此溶液在使用时，加热至80℃左右，冷却后再使用。
- 2.20 异丙醚($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}$)。

中华人民共和国冶金工业部 1987-03-31 批准

1988-03-01 实施

GB 7731.8—87

2.21 铈标准溶液($5\mu\text{g Sb/mL}$):称取 0.2743g 酒石酸铈钾($\text{KSbOC}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$),以水溶解,移于 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度并混匀,作为标准母液,当使用时取标准母液的一部分准确稀释20倍。

3 试样

试样应通过 0.088mm 筛孔。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 2.0000g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 称取试样(4.1)置于 30mL 镍坩锅中,加 10g 过氧化钠(2.1)和 1g 无水碳酸钠(2.2)混匀,先于低温处加热,待内熔物熔化后,在约 750°C 熔融 3min ,并边摇动边加热,放冷后,将坩锅置于 500mL 烧杯中,盖上表皿,加温水约 150mL 溶解熔融物,加硫酸(2.9)使溶液呈酸性后,取出坩锅以水洗净,溶液加热煮沸 $3\sim 5\text{min}$,分解过氧化氢后,以水稀释至 300mL 左右。

4.3.2 加 10g 酒石酸(2.3)溶解后,加入 4mL 硫酸铜溶液(2.17),以氢氧化铵(2.12)中和并过量 10mL ,加热数分钟至近沸,稍冷后以硫酸(2.9)中和再过量 10mL ,激烈地通入硫化氢(2.13) 30min 以上,使铈与铜、砷等硫化物共沉淀,在温处静置片刻,使沉淀陈化。沉淀以致密滤纸过滤分离,用酒石酸洗液(2.18)充分洗涤。

4.3.3 沉淀连同滤纸移于原烧杯中,加入 10mL 硫酸(2.8)、 10mL 硝酸(2.6),加热溶解沉淀同时也破坏滤纸,继续加热冒浓的硫酸白烟至溶液透明〔若溶液呈黄褐色,再补加 10mL 硝酸(2.6),加热处理冒白烟〕,放冷后加水约 50mL ,溶解可溶性盐类,冷却至室温后,移于 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.3.4 分取 10.00mL 溶液于 300mL 烧杯中,加入 10mL 硝酸(2.7)和 5mL 硫酸锰溶液(2.15),以水稀释至约 150mL 。边加热煮沸边滴加高锰酸钾溶液(2.14),使开始生成二氧化锰沉淀再过量 5mL ,煮沸到高锰酸全生成二氧化锰。静置 $5\sim 10\text{min}$ 使沉淀下沉后,用致密滤纸过滤分离,以温水洗净滤纸,弃去滤液和洗液。

4.3.5 沉淀以少量温水洗入原烧杯中,附着于滤纸上的沉淀用 35mL 温硫酸-过氧化氢混合液(2.11)溶解,用温水洗净滤纸上的沉淀。加入 10mL 硝酸(2.6),加热蒸发至冒硫酸白烟并浓缩至近干,放冷后,加入 10mL 盐酸(2.4)、 20mL 硫酸(2.9),加热但不沸腾,以溶解可溶性盐类,冷却至室温后,移于 50mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.3.6 移取 10.00mL 溶液(4.3.5)置于 100mL 分液漏斗中,滴加硫酸铈溶液(2.16)至溶液呈黄色,再过量 0.5mL ,放置数分钟后,加入 22mL 盐酸(2.4)、 5mL 硫酸(2.10),再加入 1mL 硫酸铈溶液(2.16),以水稀释至溶液体积约 50mL ,此时硫酸浓度为 $1.25\sim 1.5\text{mol/L}$,盐酸浓度为 6mol/L ,冷却至 20°C 以下,准确加入 25.00mL 异丙醚(2.20),激烈振荡 $2\sim 3\text{min}$,静置分层后,弃去水相。在分液漏斗中,加入 5mL 盐酸(2.5),继续振荡,分层后,弃去水相。

4.3.7 在 20°C 以下,准确加入 5.00mL 冷却的罗丹明B(2.19),激烈振荡 1min ,使铈显色,静置分层后,弃去下层水相。

4.3.8 将有机相干过滤,移取滤液的一部分于比色皿中,发色后在 3min 内以异丙醚为参比液,在波长 550nm 处,测其吸光度。

GB 7731.8—87

4.3.9 减去随同试样所做的空白吸光度,从工作曲线上查出相应的铈量。

4.4 工作曲线的绘制

移取0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 铈标准溶液(2.21),分别置于一组100mL 烧杯中,加入10mL 硝酸(2.6)、5mL 硫酸(2.9),加热蒸发冒硫酸白烟至溶液近干,放冷后加入10mL 盐酸(2.4)、7mL 硫酸(2.9),在不沸腾状态下,加热使可溶性盐类溶解,在室温处冷却后,以少量水移于100mL 分液漏斗中。滴加硫酸铈溶液(2.16)使溶液呈黄色,再过量0.5mL,放置数分钟后,加入15mL 盐酸(2.4),1mL 硫酸铈溶液(2.16),以水稀释至溶液体积约50mL,冷却至20℃以下。以下按4.3.6款中自“加入25.00mL 异丙醚(2.20)”至4.3.8款操作,测其吸光度,减去试剂的白光的吸光度,以铈量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铈的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铈量,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。

铈 量	允许差
<0.060	0.006

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 7731.8—87 I