中华人民共和国国家标准

UDC 669.27:543
.42:546.76

GB 4324.21—84

钨化学分析方法
二苯基碳酰二肼光度法测定铬量

Methods for chemical analysis of tungsten
The diphenylcarbazide photometric method for the determination of chromium content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铬量的测定。测定范围：0.0002～0.030%。

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

试样用硫酸、硫酸铵分解，以氢氧化铍作载体，在pH8～9共沉淀铬，与主体钨分离。沉淀用硫酸溶解，加入二苯基碳酰二肼与铬形成紫红色络合物，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硫酸铵（优级纯）。

2.2 无水亚硫酸钠。

2.3 硫酸（比重1.84）。

2.4 硫酸（1 N）。

2.5 磷酸（1 + 1）。

2.6 氢氧化钠（优级纯）溶液（40%）。

2.7 叠氮化钠溶液（5 %）。

2.8 硫酸铍溶液（2 %）。

2.9 洗液：1 %硫酸铵溶液，用氢氧化钠溶液（2.6）碱化至pH9。

2.10 高锰酸钾溶液（0.3%）。

2.11 酚酞乙醇溶液（0.1%）。

2.12 二苯基碳酰二肼丙酮溶液（0.5%）。用时配制。

2.13 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.14 铬标准溶液

2.14.1 称取0.2263g预先于140～150℃烘干的重铬酸钾，溶于水中，用水移入1000ml容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含80μg铬。

2.14.2 移取5.00ml铬标准溶液（2.14.1），置于100ml烧杯中，加入20ml水、5 ml硫酸（2.4）、数粒（约3 mg）无水亚硫酸钠（2.2），煮沸驱除二氧化硫，冷却，移入200ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含2 μg铬。

3 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施