

钨化学分析方法
邻二氮杂菲光度法测定铁量

UDC 669.27:543
.42:546.72

GB 4324.6—84

Methods for chemical analysis of tungsten
The ortho-phenanthroline photometric method for
the determination of iron content

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铁量的测定。测定范围：0.0005~0.10%。
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

试样经硫酸-硫酸铵分解，以柠檬酸络合钨，在pH7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。

2 试剂

2.1 碘化钾。

2.2 三氯甲烷。

2.3 硫酸(比重1.84)，优级纯。

2.4 氢氧化铵(比重0.90)。

2.5 高氯酸钠溶液：移取200ml高氯酸(1+1)，用40%氢氧化钠溶液调至pH7(用pH试纸检查)。

2.6 硫酸铵溶液(50%)。提纯步骤如下：称取250g硫酸铵溶于400ml水中，用氢氧化铵(2.4)调至pH7(用pH试纸检查)，加入2.5ml高氯酸钠溶液(2.5)、2ml盐酸羟胺溶液(2.8)，3ml邻二氮杂菲溶液(2.7)，加热煮沸，加入3g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500ml，加20~30ml三氯甲烷(2.2)，振荡2min，静置分层后，弃去有机相，水相反复用三氯甲烷(2.2)萃取至有机相无色为止，水相放入试剂瓶中，备用。

2.7 邻二氮杂菲溶液(0.3%)：称取0.3g邻二氮杂菲置于300ml烧杯中，加10ml乙醇，溶解后用水稀释至100ml，混匀。

2.8 盐酸羟胺溶液(20%)。提纯步骤如下：称取50g盐酸羟胺置于500ml烧杯中，加150ml水溶解，用氢氧化铵(2.4)调至pH7(用pH试纸检查)，加入20ml邻二氮杂菲溶液(2.7)，加热至沸，取下冷却，加3g碘化钾(2.1)，溶解后，用水移入分液漏斗中并稀释至250ml，用三氯甲烷(2.2)萃取数次(每次20ml，振荡2min)，直至有机相无色为止。弃去有机相，水相放入试剂瓶中，备用。

2.9 柠檬酸溶液(50%)。提纯步骤如下：称取250g柠檬酸，置于1000ml烧杯中，加200ml水溶解，用氢氧化铵(2.4)调至pH7(用pH试纸检查)，依次加入2.5ml高氯酸钠溶液(2.5)、2g盐酸羟胺、20ml邻二氮杂菲溶液(2.7)，加热煮沸，加入3g碘化钾(2.1)，溶解后，用快速定量滤纸过滤于分液漏斗中，并用水稀释至500ml，用三氯甲烷(2.2)萃取数次(每次20ml，振荡2min)，直至有机相无色为止，弃去有机相，水相放入试剂瓶中，备用。

2.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(10%)：称取10gEDTA(优级纯)于250ml烧杯中，加90ml水，加热(50~60℃)溶解后，用氢氧化铵(2.4)调至pH7(用pH试纸检查)，并用水稀