中华人民共和国国家标准

铝及铝合金化学分析方法

第35部分：钨含量的测定

硫氰酸盐分光光度法

**Methods for chemical analysis of aluminum and aluminum alloys—**

**Part35: Determination of tungsten trioxide content—**

**The thiocyanate spectrophotometric method**

**（征求意见稿）**

××××-××-××实施

GB/T 20975.35—20XX

**ICS**

中华人民共和国市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会 发布

××××-××-××发布

GB

1. 前 言

 铝及铝合金矿化学分析方法

第35部分：钨含量的测定

硫氰酸盐分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中钨含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中钨含量的测定。测定范围：0.15%～5.00%。

2 方法提要

试料经氢氧化钠和过氧化氢分解。用水溶解盐类，使钨与大部分金属元素分离。在盐酸介质中，用二氯化锡-三氯化钛溶液将钨还原至五价与硫氰酸盐生成黄色络合物，于分光光度计波长404nm处测量其吸光度。

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 氢氧化钠。

3.2 二氯化锡（SnCl2﹒2H2O）。

3.3 过氧化氢（30%）。

3.4 盐酸(p1.19g/mL)。

3.5 三氯化钛（市售15%~20%）。

3.6 氢氧化钠溶液（20%）。

3.7 氢氧化钠溶液（3.5%）。

3.8 硫氰酸钾溶液（500 g/L）。

3.9 氯化亚锡-三氯化钛溶液：称取10g二氯化锡（3.3）加热溶于600mL盐酸（3.4）中，待溶解完全后加入1.25 mL三氯化钛（3.5），用水稀释至1000 mL，混匀，贮存于棕色瓶中。此溶液可稳定1个月。如溶液中三氯化钛紫色褪去，需重新配置。

3.10 钨标准贮存溶液（1.000g/L）：称取1.2611 g预先于800 ℃灼烧40 min并于干燥器中冷却至室温的三氧化钨（*W*wo3≥99.99%），置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入35.0g氢氧化钠（3.1），100 mL水，微热至溶解完全，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含1 mg钨。

3.11 钨标准溶液：移取10.00 mL钨标准贮存溶液（3.9）于100 mL容量瓶中，用氢氧化钠溶液（3.7）稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含100 μg钨。

4仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成厚度不大于1mm的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试样,精确至0.0001g。

表1 试料量

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 钨的质量分数 /% | 试料 /g | 定容试液体积/mL | 分取试液体积 /mL | 补加氢氧化钠溶液（3.7）体积 /mL |
| 0.15～1.00 | 0.25 | 100.00 | 20.00 | - |
| >1.00~5.00 | 5.00 | 15 |

6.2 平行试验

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300 mL聚四氟乙烯烧杯中，分次加入总量为20.0mL的氢氧化钠溶液（3.6），待剧烈反应停止后，用少量水洗涤杯壁，置于电热板上低温蒸干，冷却。滴加3 mL过氧化氢（3.3），边滴加边摇动。加入70 mL水，置于电热板上溶解盐类，保持微沸30 min，并保持体积约70 mL，取下，冷却。移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 用快速滤纸过滤试液于原聚四氟乙烯烧杯中，弃去最初的15 mL~20 mL滤液，按表1移取部分滤液于50 mL容量瓶中，补加相应体积的氢氧化钠溶液（3.7），加入2 mL硫氰酸钾溶液（3.8），混匀，加入氯化亚锡-三氯化钛溶液（3.9）至近刻度，混匀，水浴冷却，再用氯化亚锡-三氯化钛溶液（3.9）稀释至刻度，混匀。放置15 min。

6.4.3 将溶液（6.4.2）移入1 cm比色皿中，以试剂空白作为参比，于分光光度计波长404 nm处测其吸光度，从工作曲线上查出相应的钨含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、 2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL钨标准溶液（3.11）于一组50 mL容量瓶中，补加氢氧化钠溶液（3.7）至20 mL。以下按6.4.2进行。

6.5.2 移取部分系列标准溶液于1 cm 比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长404 nm处，测量吸光度。减去试剂空白溶液的吸光度，以钨含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线.

7 分析结果的计算

钨含量以质量分数*w*w计，数值以%表示，按公式（1）计算：

  ∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙（1）

式中：

——自工作曲线上查得的钨浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——自工作曲线上查得的空白试验钨浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*1 —— 分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V*0 —— 试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m*0 —— 试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，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1数据采用线性内插法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ww*/ % |  |  |  |  |  |
| *r* / % |  |  |  |  |  |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限（R），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ww/*% |  |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |  |

9 试验报告

试验报告至少应包括以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（GB/T 20975.35-20XX）；

——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。