ICS 77.120.10

H 12



**中华人民共和国国家标准**

 GB/T 20975.35—201X

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 aluminium and aluminium alloys-**

 **Part 35-Determination of tungsten trioxide content**

**The thiocyanate spectrophotometric method**

**（送审稿）**

201X-XX-XX 发布 201X-XX-XX 实施

 发 布

国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

1. 前 言
2. GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为37部分：
3. ——第1部分：汞含量的测定
4. ——第2部分：砷含量的测定
5. ——第3部分：铜含量的测定
6. ——第4部分：铁含量的测定
7. ——第5部分：硅含量的测定
8. ——第6部分：镉含量的测定
9. ——第7部分：锰含量的测定
10. ——第8部分：锌含量的测定
11. ——第9部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法
12. ——第10部分：锡含量的测定
13. ——第11部分：铅含量的测定
14. ——第12部分：钛含量的测定
15. ——第13部分：钒含量的测定
16. ——第14部分：镍含量的测定
17. ——第15部分：硼含量的测定
18. ——第16部分：镁含量的测定
19. ——第17部分：锶含量的测定
20. ——第18部分：铬含量的测定
21. ——第19部分：锆含量的测定
22. ——第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法
23. ——第21部分: 钙含量的测定
24. ——第22部分：铍含量的测定
25. ——第23部分：锑含量的测定
26. ——第24部分：稀土总含量的测定
27. ——第25部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
28. ——第26部分：碳含量的测定 红外吸收法
29. ——第27部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
30. ——第28部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法
31. ——第29部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法
32. ——第30部分：氢含量的测定 加热提取热导法
33. ——第31部分: 磷含量的测定 钼蓝分光光度法
34. ——第32部分：铋含量的测定
35. ——第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法
36. ——第34部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法
37. ——第35部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法
38. ——第36部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法
39. ——第37部分：铌含量的测定
40. 本部分为GB/T 20975的第35部分。
41. 本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。
42. 本部分由中国有色金属工业协会提出。
43. 本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本部分起草单位：广东省工业分析检测中心、。

本部分起草人：

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

警告—使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。

使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家相关法规规定的条件。

**1 范围**

GB/T 20975的本部分规定了硫氰酸盐分光光度法测定铝及铝合金中钨含量的方法。

 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 规范性引用文件**

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注明日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T8005.2 铝及铝合金术语 第2部分：化学分析

GB/T 8170 -2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

**3 术语和定义**

 GB/T 20000.1、GB/T8005.2界定的术语和定于适用于本文件。

**4 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。

**5 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符合GB/T6682规定的二级水。

5.1 氢氧化钠。

5.2 过氧化氢（30%）。

5.3 盐酸(ρ=1.19g/mL)。

5.4 氢氧化钠溶液（20%）。

5.5 氢氧化钠溶液（3.5%）。

5.6 硫氰酸钾溶液（500 g/L）。

5.7 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。

5.8 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175 mL氢氧化钠溶液（5.4），微热至溶解完全，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，移入于塑料瓶中贮存。此溶液1 mL含1 mg钨。

5.9 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。移入塑料瓶中贮存。此溶液1 mL含100 μg钨。

1. **6 仪器**
2. 分光光度计。

**7 试样**

1. 将试样加工成不大于1mm的碎屑。
2. **分析步骤**
3. **8.1 试料**
4. 按表1称取质量（**）的试样（7），精确至0.0001g。

表1 试料量

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 钨的质量分数 *ww* /% | 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 |
| 0.01~0.15 | 1.00 | 100 | 20.00 | — |
| >0.15～1.00 | 0.25 | 20.00 | — |
| >1.00~5.00 | 0.25 | 5.00 | 15 |

1. **8.2 平行试验**
2. 平行做两份试验，取其平均值。
3. **8.3 空白试验**
4. 随同试料做空白试验。
5. **8.4 测定**

8.4.1 将试料(8.1)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（5.4），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（5.2），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，补水并保持体积约70 mL，取下，冷却。移入100 mL容量瓶（*V*0）中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 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（*V*1），补加相应体积的氢氧化钠溶液（5.5），加入2 mL硫氰酸钾溶液（5.6），混匀，加入氯化亚锡-三氯化钛溶液（5.7）至近刻度，混匀，水浴冷却，再用氯化亚锡-三氯化钛溶液（5.7）稀释至刻度，混匀。放置15 min。

8.4.3 将溶液（8.4.2）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。

**8.5 工作曲线的绘制**

8.5.1 移取0 mL、0.25 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（5.9）于一组50 mL容量瓶中，补加氢氧化钠溶液（5.5）至20 mL。以下按8.4.2进行。

1. 8.5.2 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。

**9 试验数据处理**

9.1 钨含量以质量分数*ww*计，数值以%表示，按公式（1）计算：

1. ………………………………（1）
2. 式中：
3. ——自工作曲线上查得的钨浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
4. ——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）；
5. *V*1 —— 分取试液体积，单位为毫升（mL）；
6. *V*0 —— 试液总体积，单位为毫升（mL）；
7. *m*—— 试料的质量，单位为克（g）。
8. 9.2 计算结果表示至小数点后二位。数值修约执行GB/T 8170中3.2、3.3条款。

**10 精密度**

1. 10.1 重复性
2. 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2数据采用线性内插法和外延法求得：
3. 表2 重复性限

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

1. 10.2 再现性
2. 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3数据采用线性内插法和外延法求得：
3. 表3 再现性限

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

1. **11 质量保证和控制**
2. 分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。
3. **12 试验报告**
4. 试验报告至少应给出以下几个方面的以下内容：
5. a）本部分编号及名称；
6. b）关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；
7. c）以适当的形式表达试验结果；
8. d）试验过程中出现的异常现象；
9. e）在本方法标准中没有明确说明或是可选择的、且可能影响结果的任何操作；
10. f）试验、审核等相关责任人的签名。
11.