



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 223.43—94

---

## 钢铁及合金化学分析方法 钨量的测定

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
Determination of tungsten content

1994-09-26发布

1995-06-01实施

---

国家技术监督局 发布

钢铁及合金化学分析方法  
钨量的测定

GB/T 223.43-94

代替 GB 223.43-85  
GB 223.44-85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
Determination of tungsten content

本标准包括了以下分析方法:

- (1) 辛可宁重量法。
- (2) 氯化四苯腓-硫酸盐-三氯甲烷萃取分光光度法。

第一篇 辛可宁重量法

1 主题内容与适用范围

本方法规定了用辛可宁重量法测定钨量。

本方法适用于合金钢、高温合金和精密合金中钨量的测定。测定范围:1.00%~22.00%。

2 方法提要

不含铈试样:在盐酸溶液中,经硝酸氧化,钨形成钨酸沉淀,加入辛可宁使钨沉淀完全,过滤,灼烧后用氢氟酸挥发除硅,灼烧至恒量,即为不纯三氧化钨质量。

含铈试样:将五氧化二铈和三氧化钨沉淀用碳酸钠熔融,经镁合剂沉淀分离铈后,再用 $\beta$ -萘酚喹啉或罗丹明B沉淀钨,灼烧至恒量,为不纯三氧化钨质量。

将不纯三氧化钨用碳酸钠熔融,过滤。滤液中的钼、铬、钒分别以光度法测定校正之。滤纸上的沉淀为铁、钛等杂质,灼烧成氧化物后称量。由不纯三氧化钨质量中减去这些氧化物的质量,即得纯三氧化钨质量。

3 试剂

- 3.1 无水碳酸钠。
- 3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.3 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。
- 3.4 盐酸(1+1)。
- 3.5 硫酸(1+1)。
- 3.6 硫酸(1+6)。
- 3.7 磷酸(1+1)。
- 3.8 氨水(1+1)。
- 3.9 辛可宁溶液(12.5%);用盐酸(3.4)配制,过滤后使用。
- 3.10 辛可宁洗液:移取30 mL辛可宁溶液(3.9)用水稀释至1 L,混匀。
- 3.11 碳酸铵溶液(5%)。

- 3.12 镁合剂溶液:称取 4 g 硫酸镁及 8 g 氯化铵,溶于适量水中,加入 8 mL 氨水( $\rho$  0.90 g/mL)用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.13 镁合剂洗液:移取 25 mL 镁合剂溶液(3.12)用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.14 甲基红乙醇溶液(0.1%)。
- 3.15 酚酞乙醇溶液(0.1%)。
- 3.16  $\beta$ -萘酚喹啉溶液(2%):称取 2 g  $\beta$ -萘酚喹啉,置于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,滴加硫酸(3.5)使其溶解,以氨水(3.8)调至刚出现沉淀,立即加入 4 mL 硫酸(3.5),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.17  $\beta$ -萘酚喹啉洗液:移取 5 mL  $\beta$ -萘酚喹啉溶液(3.16),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.18 罗丹明 B 溶液 称取 1 g 罗丹明 B,溶于 100 mL 热水中,混匀。
- 3.19 罗丹明 B 洗液 移取 10 mL 罗丹明 B 溶液(3.18),用水稀释至 1 L,加入 3 mL 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL),混匀。
- 3.20 酒石酸溶液(50%)。

#### 4 分析步骤

##### 4.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含钨量, %	试样量, g
1.00~3.00	5.000~3.000
>3.00~6.00	3.000~1.500
>6.00~10.00	1.500~1.000
>10.00~22.00	1.000

试样量以其溶液中钨量为 100 mg 为宜。试样中钨量在 1~2% 时,试样量可控制在溶液中钨量为 50 mg 以上。钨量高于钨量时,可适量减少称样量。

##### 4.2 测定

###### 4.2.1 不含铈试样

4.2.1.1 将试样(4.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.4),低温加热溶解,边搅拌边缓慢滴加硝酸(3.2)至试样完全溶解,蒸发至糖浆状。加入 1~2 mL 硝酸(3.2),再蒸发至糖浆状(含高钽的试样则蒸发至溶液体积约为 10 mL)。

4.2.1.2 加入 30 mL 盐酸(3.4),加热使盐类溶解。加入 130 mL 热水,加热煮沸 1 h,缓慢加入 5 mL 辛可宁溶液(3.9),充分搅拌后,在 70~80°C 保温 4 h 或放置过夜。用带有少量纸浆的慢速定量滤纸过滤,用辛可宁洗液(3.10)以倾泻法洗涤烧杯中沉淀 3 次,用相同洗液将沉淀移入漏斗中,并洗涤沉淀和滤纸 10 次。

4.2.1.3 将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,并将原烧杯壁沾有的钨酸用氨水(3.8)湿润过的滤纸片擦下,一并放入铂坩埚中。炭化,于 750~800°C 的高温炉中灼烧 40 min。取出,冷却,用水湿润沉淀,加入 2 滴硫酸(3.5),加入 2~3 mL 氢氟酸(3.3),小心加热蒸发至冒尽硫酸白烟为止,再于 750~800°C 的高温炉中灼烧 30 min。

4.2.1.4 取出,置于干燥器中冷却至室温,称量。再灼烧至恒量( $m_1$ ),即为坩埚及不纯三氧化钨的质量。

4.2.1.5 于坩埚中加入 5 g 碳酸钠(3.1),熔融,冷却,置于 200 mL 烧杯中,用热水浸取,加热溶解熔块,洗净坩埚后取出。将溶液煮沸并在 70~80°C 保温 1~2 h。用带有少量纸浆的慢速定量滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,以热碳酸铵溶液(3.11)洗涤沉淀和滤纸 10 次,再用热水洗 1~2 次并入滤液中,冷却