

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法  
氯化四苯胍-硫氰酸盐-三  
氯甲烷萃取光度法测定钨量

UDC 669.14/.15  
:543.42:546  
.78  
GB-223.44-85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The tetraphenylarsonium chloride-thiocyanate-trichloromethane  
extraction photometric method  
for the determination of tungsten content

本标准适用于碳钢、合金钢、高温合金中钨量的测定。测定范围：0.05~1.50%。  
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

试样用酸分解，在9.5 N盐酸溶液中，以氯化亚锡将高价铁、钨等离子还原为低价，加入氯化四苯胍使形成络合物再与硫氰酸钠形成黄色离子缔合物，于7.5 N盐酸介质中，以三氯甲烷萃取，光度法测定钨的百分含量。

在显色液中允许存在1.5mg钼、6 mg锰、0.075mg锆、0.75mg铜、7.5mg铬、0.75mg 硼、3.75mg 钴、0.75mg钒、0.125mg稀土、20mg镍、0.125mg钛、2.0mg铝。

## 2 试剂和材料

- 2.1 硝酸（比重1.42）。
- 2.2 三氯甲烷。
- 2.3 磷酸（1+1）。
- 2.4 盐酸（1+1）。
- 2.5 硝酸-盐酸混合酸：按1份硝酸（比重1.42）和1份盐酸（比重1.19）混匀。
- 2.6 硫酸-磷酸混合酸：按3份硫酸（比重1.84）、3份磷酸（比重1.70）和14份水混匀。
- 2.7 氯化四苯胍溶液（1%）：称取1g氯化四苯胍溶于80ml水中，过滤后用水稀释至100ml，混匀（如稍有混浊对测定无影响）。
- 2.8 硫氰酸钠溶液（50%）。
- 2.9 氯化亚锡溶液（5%）：称取5g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ），溶于适量盐酸（比重1.19）中，并用盐酸（比重1.19）稀释至100ml，混匀。
- 2.10 氯化亚锡洗液（3%）：称取3g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ），溶于70ml盐酸（比重1.19）中，用水稀释至100ml，混匀。
- 2.11 钨标准溶液：
  - 2.11.1 称取0.6305g预先灼烧过的高纯三氧化钨，置于200ml烧杯中，加30ml氢氧化钠（10%），加热溶解，冷却，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg钨。
  - 2.11.2 移取30.00ml钨标准溶液（2.11.1），置于100容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.30mg钨。
  - 2.11.3 移取50.00ml钨标准溶液（2.11.1），置于200ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶

国家标准局 1985-07-18 发布

1986-06-01 实施

液 1 ml 含 0.25 mg 钨。

2.11.4 移取 10.00 ml 钨标准溶液 (2.11.1)，置于 200 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 0.05 mg 钨。

2.12 脱脂棉。

### 3 分析步骤

#### 3.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

钨量, %	试样量, g
< 0.50	0.2500
> 0.50 ~ 1.00	0.1500
> 1.00 ~ 1.50	0.1000

#### 3.2 空白试验

随同试样做空白试验。

#### 3.3 测定

3.3.1 将试样 (3.1) 置于 150 ml 锥形瓶中。

3.3.2 加入 15 ml 硫酸-磷酸混合酸 (2.6) [难溶试样, 可用硝酸-盐酸混合酸 (2.5) 和硫酸-磷酸混合酸 (2.6) 分解], 加热溶解, 滴加硝酸 (2.1) 氧化, 继续加热冒硫酸白烟 1 ~ 2 min, 取下冷却。加入 20 ml 水, 煮沸溶解盐类, 冷却。

3.3.3 移入 50 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

3.3.4 移取 5.00 ml 溶液, 置于 100 ml 锥形瓶中, 加入 20 ml 氯化亚锡溶液 (2.9), 加热至微沸 30 ~ 60 s (煮沸温度不宜过高, 时间不能过长), 取下冷却, 移入 125 ml 分液漏斗中, 用 10 ml 盐酸 (2.4) [分析含铌钽试样时, 改用 5 ml 盐酸 (2.4) 和 5 ml 磷酸 (2.3), 其工作曲线也同条件操作], 分两次洗涤锥形瓶, 洗液合并于分液漏斗中。

3.3.5 加入 2 ml 氯化四苯砷溶液 (2.7), 振荡 30 s, 加入 2 ml 硫氰酸钠溶液 (2.8), 混匀。加入 20 ml 三氯甲烷 (2.2), 充分振荡 1 min (黄色缔合物在有机相中, 温度低于 25°C 时可稳定 2 h, 高于 25°C 时, 稳定性较差, 宜逐个萃取)。

3.3.6 静置分层后, 将有机相移入另一 125 ml 分液漏斗中 [三价铁与氧化性物质, 能使有机相出现返红现象, 为此, 比色皿、分液漏斗应预先用盐酸 (2.6) 清洗后, 再用水洗干净, 凉干], 加入 20 ml 氯化亚锡洗液 (2.10), 振荡 1 min, 静置分层后, 将有机相通过预先置于分液漏斗末端排液管中的脱脂棉 (2.12), 至放出的有机相无红色, 再放掉 1 ~ 2 ml, 将部分余下的有机相移入比色皿中 (含钨量为 0.5 ~ 1.5% 时, 用 2 cm 比色皿; 含钨量为 0.02 ~ 0.5% 时, 用 3 cm 比色皿), 以水为参比, 于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

3.3.7 减去随同试样所做的空白试验的吸光度。从工作曲线上查出相应的钨量。

#### 3.4 工作曲线的绘制

##### 3.4.1 中低合金钢、普碳钢

称取与试样量相同量的不含钨的碳素钢 6 份, 分别置于一组 100 ml 锥形瓶中, 按表 2 加入钨标准溶液, 以下按 3.3.2 ~ 3.3.6 款进行, 减去补偿溶液 (零浓度标准溶液) 的吸光度。以钨量为横坐标, 吸