



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.35—2020

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 content—
Thiocyanate spectrophotometric method

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 个部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 第 8 部分：锌含量的测定；
- 第 9 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 第 14 部分：镍含量的测定；
- 第 15 部分：硼含量的测定；
- 第 16 部分：镁含量的测定；
- 第 17 部分：锶含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：钴含量的测定；
- 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法；
- 第 21 部分：钙含量的测定；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铈含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 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；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 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；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铋含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铈含量的测定。

GB/T 20975.35—2020

本部分为 GB/T 20975 的第 35 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

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、有色金属技术经济研究院、西安汉唐分析检测有限公司、贵州省分析测试研究院、北矿检测技术有限公司、昆明冶金研究院、河北四通新型金属材料股份有限公司、广东省韶关市质量计量监督检测所、东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人：谢辉、李玉红、张胜、席欢、王金磊、李家华、熊晓燕、周兵、马学文、刘维理、辛晶、袁齐、罗琳、施宏娟、于富兴、郭军、张亚培。



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

警示——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，并保证符合国家有关法规规定的条件。

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。

本部分适用于铝及铝合金中钨含量的仲裁测定。硫氰酸盐分光光度法测定范围：0.15%~5.00%。

本部分不适用于含钨质量分数大于 0.005 0% 的铝及铝合金。

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，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8005.2 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 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

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，使钨元素与大部分金属元素分离。在盐酸介质中，用二氯化锡-三氯化钛溶液将钨元素还原为钨(V)与硫氰酸盐生成黄色络合物，于分光光度计波长 404 nm 处测量其吸光度，以此测定钨含量。

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实验室二级水。

5.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

5.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

5.3 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

5.4 氢氧化钠溶液(35 g/L)。

5.5 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。

5.6 氯化亚锡-三氯化钛溶液：称取 10 g 二氯化锡加热溶于 600 mL 盐酸(5.2)中，待溶解完全后加入 1.25 mL 三氯化钛，用水稀释至 1 000 mL，混匀，贮存于棕色瓶中。如溶液中三氯化钛紫色褪去，应重

新配制。

5.7 钨标准贮存溶液:称取 1.261 1 g 预先于 800 °C 灼烧 40 min 并于干燥器中冷却至室温的三氧化钨 ($w_{\text{WO}_3} \geq 99.99\%$),置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 175 mL 氢氧化钠溶液(5.3),微热至溶解完全,移入 1 000 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。

5.8 钨标准溶液:移取 10.00 mL 钨标准贮存溶液(5.7)于 100 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(5.4)稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 100 μg 钨。

6 仪器

分光光度计。

7 试样

将样品加工成不大于 1 mm 的碎屑。

8 分析步骤

8.1 试料

称取质量(m)为 0.25 g 的试样(第 7 章),精确至 0.000 1 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料(8.1)做空白试验。

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 mL 的氢氧化钠溶液(5.3),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。边摇边滴加 3 mL 过氧化氢(5.1)。加入 70 mL 水,置于电热板上加热溶解盐类,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(V_1)于 50 mL 容量瓶中,补加相应体积的氢氧化钠溶液(5.4),加入 2 mL 硫氰酸钾溶液(5.5),混匀,加入氯化亚锡-三氯化钛溶液(5.6)至近刻度,混匀,冷却,再用氯化亚锡-三氯化钛溶液(5.6)稀释至刻度,混匀。放置 15 min。

表 1

钨的质量分数 $w_w/\%$	移取滤液体积 V_1/mL	补加氢氧化钠溶液(5.4)体积/mL
0.15~1.00	20.00	—
>1.00~5.00	5.00	15.0

8.4.3 将溶液(8.4.2)移入 1 cm 比色皿中,以空白试验溶液为参比,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质量(m_1)。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、7.00 mL 钨标准溶液(5.8)于一组 50 mL 容量瓶中,补加氢氧化钠溶液(5.4)至 20 mL。以下按 8.4.2 进行。

8.5.2 移取部分系列标准溶液于 1 cm 比色皿中,以标准系列的零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 404 nm 处测量吸光度。以钨质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

9 试验数据处理

钨含量以钨质量分数 w_w 计,按式(1)计算:

$$w_w = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得试液中的钨量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

10 精密度

10.1 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_w/\%$	0.20	0.77	1.76	2.76	3.77	4.78
$r/\%$	0.02	0.03	0.06	0.09	0.13	0.20

10.2 再现性

在再现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或外延法求得。

表 3

$w_w/\%$	0.20	0.77	1.76	2.76	3.77	4.78
$R/\%$	0.03	0.04	0.08	0.12	0.17	0.26

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分编号及名称；
- 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；
- c) 以适当的形式表达试验结果；
- d) 试验过程中出现的异常现象；
- e) 审核、批准等人员的签名。



库七七 www.kq9w.com 提供下载