

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 硫氰酸盐-盐酸氯丙嗪-三氯甲烷萃取 光度法测定钨量

GB 223.66—89

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The thiocyanate-chlorpromazine hydrochloride-chloroform
extraction photometric method for the determination of tungsten content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫氰酸盐-盐酸氯丙嗪-三氯甲烷萃取光度法测定钨量。

本标准适用于碳钢、中、低合金钢中钨量的测定。测定范围0.0020%~0.100%。

2 方法提要

在5 mol/L 盐酸介质中,六价钨经氯化亚锡还原后与硫氰酸盐-盐酸氯丙嗪形成黄色的三元配合物,被三氯甲烷萃取后,测量其吸光度。钢铁中常见的共存元素不干扰测定。显色液中6 mg 的锰、2.5 mg 的钼经三氯化钛还原、及2.5 mg 的铌经氢氟酸掩蔽后,均不干扰测定。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

3.5 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.6 氯化亚锡溶液(43%):称取43 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于52 mL 盐酸(3.1)中,加热至溶液澄清,冷至室温,用水稀释至100 mL,混匀。用时现配。

3.7 三氯化钛溶液(3%):移取20 mL 市售三氯化钛(15%)于100 mL 容量瓶中,加30 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,加数粒纯锌充分还原后使用。

3.8 硫氰酸铵溶液(36%):称取36 g 硫氰酸铵溶于80 mL 水中,用水稀释至100 mL。

3.9 盐酸氯丙嗪-三氯甲烷溶液(0.01 mol/L):称取1.7766 g 盐酸氯丙嗪溶于500 mL 三氯甲烷中,贮于棕色瓶中保存。

3.10 钨标准溶液:

3.10.1 称取1.2605 g 预先于800℃灼烧30 min 的三氧化钨(99.9%以上),置于200 mL 烧杯中,用30 mL 氢氧化钠(10%)加热溶解,冷却,移入500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含2.00 mg 钨。

3.10.2 移取10.00 mL 钨标准溶液(3.10.1)置于1000 mL 容量瓶中,加2粒氢氧化钠,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含20 μg 钨。

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 | 试液分取量, mL |
|--------------|--------|-----------|
| 0.0020~0.010 | 1.0000 | 50.00 |
| >0.010~0.040 | 0.5000 | 25.00 |
| >0.040~0.100 | 0.2000 | 25.00 |

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 试样溶解

将试样(4.1)置于150 mL锥形瓶中,加5 mL盐酸(3.1)、5 mL硝酸(3.2),低温加热溶解后(溶解过程中可适量补加些水),加5 mL高氯酸(3.3)、5 mL磷酸(3.4)[高硅试样可加数滴氢氟酸(3.5)],继续加热至高氯酸冒烟至瓶口[试样中含铬量大于50 mg时,必须滴加盐酸(3.1)挥铬],取下稍冷。

4.3.2 盐类的溶解

于溶液(4.3.1)中加30 mL水,加40 mL盐酸(3.1),混匀,冷却至室温。移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.3 显色、萃取

4.3.3.1 按表1分取的试液(4.3.2)置于125 mL分液漏斗中,加10 mL氯化亚锡溶液(3.6)(分取的试液为25.00mL时,加5 mL),混匀[含铈试样先滴加0.25 mL氢氟酸(3.6),混匀],静置5min。加2.0 mL三氯化钛溶液(3.7),混匀,静置15 min。加6.0mL硫氰酸铵溶液(3.8)[分取的试液为25.00 mL时,加3.0 mL],混匀,静置15 min。

4.3.3.2 于溶液(4.3.3.1)中,加10.00 mL盐酸氯丙啉-三氯甲烷溶液(3.9)振荡1 min,静置分层。

4.3.4 测量

4.3.4.1 将有机相(4.3.3.2)用脱脂棉干过滤(弃去最初滤液)于2 cm吸收皿中,以盐酸氯丙啉-三氯甲烷溶液(3.9)为参比,于分光光度计波长406 nm处测量其吸光度。

4.3.4.2 测得的吸光度减去随同试样空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出显色液中相应的钨量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 称取与试样相应量的不含钨纯铁6份,分别置于150 mL锥形瓶中,按表2加钨标准溶液(3.10.2),以下按4.3.1~4.3.4.1进行。

表 2

| 含钨量, % | 钨标准溶液(3.10.2)加入量, mL | | | | | |
|--------------|----------------------|------|------|------|------|-------|
| | 0 | 1.00 | 2.00 | 3.00 | 4.00 | 5.00 |
| 0.0020~0.010 | 0 | 1.00 | 2.00 | 3.00 | 4.00 | 5.00 |
| >0.010~0.100 | 0 | 1.00 | 2.50 | 5.00 | 7.50 | 10.00 |

4.4.2 测得的吸光度减去补偿溶液的吸光度,以钨量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算钨的百分含量:

$$W(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中： V_1 ——分取试液的体积，mL；

V ——试液的总体积，mL；

m_1 ——从工作曲线上查得的钨量，g；

m ——试样量，g。

6 精密度

本标准的精密度是在1988年选择6个水平由10个实验室共同试验结果确定的。精密度见表3。

表 3

| 水平范围，% (m/m) | 重复性 r | 再现性 R |
|---------------|------------------------------------|-------------------------------|
| 0.003 5~0.100 | $\lg r = -1.493 7 + 0.757 5 \lg m$ | $R = 0.000 162 0 + 0.160 9 m$ |

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值，则认为这两个结果是可疑的。

附 录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

| 水平 实验室 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|-----------|---------|---------|--------|--------|--------|--------|
| 1 | 0.00352 | 0.00838 | 0.0124 | 0.0336 | 0.0494 | 0.0904 |
| | 0.00352 | 0.00856 | 0.0126 | 0.0340 | 0.0494 | 0.0904 |
| | 0.00372 | 0.00856 | 0.0124 | 0.0338 | 0.0502 | 0.0884 |
| 2 | — | — | 0.0126 | 0.0340 | 0.0530 | 0.0980 |
| | | | 0.0128 | 0.0344 | 0.0560 | 0.0980 |
| | | | 0.0120 | 0.0340 | 0.0550 | 0.0100 |
| 3 | 0.00400 | 0.00820 | 0.0120 | 0.0380 | 0.0538 | 0.0952 |
| | 0.00382 | 0.00830 | 0.0117 | 0.0339 | 0.0530 | 0.0952 |
| | 0.00378 | 0.00800 | 0.0116 | 0.0344 | 0.0534 | 0.0955 |
| 4 | 0.00339 | 0.00817 | 0.0110 | 0.0358 | 0.0485 | 0.0903 |
| | 0.00340 | 0.00776 | 0.0114 | 0.0350 | 0.0480 | 0.0900 |
| | 0.00349 | 0.00800 | 0.0109 | 0.0344 | 0.0479 | 0.0902 |
| 5 | 0.00340 | 0.00820 | 0.0155 | 0.0395 | 0.0580 | 0.0960 |
| | 0.00340 | 0.00800 | 0.0142 | 0.0425 | 0.0630 | 0.102 |
| | 0.00340 | 0.00860 | 0.0150 | 0.0410 | 0.0610 | 0.0990 |
| 6 | 0.00364 | 0.00884 | 0.0138 | 0.0344 | 0.0536 | 0.0876 |
| | 0.00402 | 0.00838 | 0.0148 | 0.0380 | 0.0560 | 0.0988 |
| | 0.00432 | 0.00940 | 0.0144 | 0.0364 | 0.0538 | 0.0944 |
| 7 | 0.00382 | 0.00784 | 0.0132 | 0.0346 | 0.0541 | 0.0950 |
| | 0.00382 | 0.00820 | 0.0126 | 0.0345 | 0.0552 | 0.0961 |
| | 0.00400 | 0.00831 | 0.0126 | 0.0336 | 0.0512 | 0.0961 |
| 8 | 0.00401 | 0.00850 | 0.0107 | 0.0344 | 0.0520 | 0.0916 |
| | 0.00384 | 0.00844 | 0.0118 | 0.0350 | 0.0528 | 0.0916 |
| | 0.00378 | 0.00838 | 0.0123 | 0.0362 | 0.0546 | 0.0924 |
| 9 | 0.00378 | 0.00874 | 0.0142 | 0.0340 | 0.0470 | 0.0934 |
| | 0.00378 | 0.00805 | 0.0140 | 0.0340 | 0.0470 | 0.0920 |
| | 0.00400 | 0.00790 | 0.0152 | 0.0350 | 0.0470 | 0.0972 |
| 10 | 0.00392 | 0.00882 | 0.0142 | 0.0370 | 0.0542 | 0.0940 |
| | 0.00396 | 0.00882 | 0.0145 | 0.0354 | 0.0520 | 0.0933 |
| | 0.00368 | 0.00860 | 0.0146 | 0.0375 | 0.0544 | 0.0940 |

附加说明：

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由上海第五钢铁厂起草。

本标准主要起草人杨隆兴、丁中甲。

本标准水平等级标记 GB223.66—89 I。