



中华人民共和国国家标准

GB 223.66—89

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

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

1989-03-31发布

1990-07-01实施

国家技术监督局 发布

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。