



# 中华人民共和国国家标准

GB 3654.9—83

---

## 铌铁化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钨量

Methods for chemical analysis of ferroniobium  
The thiocyanate photometric method for  
the determination of tungsten content

1983-05-02 发布

1984-03-01 实施

---

国家标准局 批准

铌铁化学分析方法  
硫氰酸盐光度法测定钨量

UDC 669.15/293  
:543.42:546  
.78  
GB 3654.9-83

Methods for chemical analysis of ferroniobium  
The thiocyanate photometric method for  
the determination of tungsten content

本标准适用于铌铁中钨量的测定。测定范围：0.10~2.00%。

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

试样以过氧化钠熔融，温水浸取，钨以钨酸钠的形式转入溶液中，使与铌、钽、钛、铁等杂质分离。在酸性溶液中，用三氯化钛将钨还原成五价并与硫氰酸根生成黄色络合物，于分光光度计波长420nm处测量其吸光度。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 乙醇。
- 2.3 草酸溶液（10%）。
- 2.4 氢氧化钠溶液（3%）。
- 2.5 硫氰酸铵溶液（25%）。
- 2.6 三氯化钛溶液（0.03%）

移取2ml市售15%三氯化钛溶液，置于1000ml容量瓶中，以盐酸（2+1）稀释至刻度，混匀。用时配制。

2.7 钨标准溶液

称取0.0252g预先在750℃灼烧1h并在干燥器中冷至室温的三氧化钨（基准试剂），置于聚四氟乙烯烧杯中，加入10g氢氧化钠、5ml水，微热溶解，冷却后，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入塑料瓶中贮存。此溶液1ml含20μg钨。

3 分析步骤

3.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

钨含量 (%)	试样量 g	分取试液比
0.50	0.3000	$\frac{10}{100}$
0.50~1.50	0.2000	$\frac{10}{100}$
1.50~2.00	0.2000	$\frac{5}{100}$