

# 中华人民共和国国家标准

## 车间空气中钨或碳化钨的硫氰酸钾 -三氯化钛分光光度测定方法

GB/T 16104—1995

Workplace air—Determination of tungsten or tungsten carbide  
—Potassium thiocyanate-titanous trichloride  
spectrophotometric method

### 1 范围

本标准规定了硫氰酸钾-三氯化钛分光光度法测定车间空气中钨或碳化钨浓度的方法。  
本标准适用于生产和使用钨或碳化钨的车间空气中钨或碳化钨浓度的测定。

### 2 原理

空气中的钨及碳化钨采集在微孔滤膜上,滤膜样品经酸性消解后,在还原剂的作用下,钨与硫氰酸钾作用生成黄色络合物,在 400 nm 波长下用 20 mm 比色杯比色定量。

### 3 仪器

- 3.1 采样夹。
- 3.2 滤料:微孔滤膜,孔径 0.8  $\mu\text{m}$ ,直径 45 mm。
- 3.3 抽气机。
- 3.4 流量计。
- 3.5 量瓶,100 mL。
- 3.6 具塞比色管,25 mL。
- 3.7 分光光度计。

### 4 试剂

本法所用的一般试剂均为分析纯,基准试剂为优级纯。

- 4.1 蒸馏水:所用实验用水均为全玻蒸馏水或去离子水。
- 4.2 1+9 的高氯酸-硝酸溶液。
- 4.3 混合酸:将 100 mL 硫酸小心倾入 500 mL 水中待冷后加 300 mL 磷酸,用水稀释到 1 000 mL。
- 4.4 5 g/L 氯化亚锡溶液:称取 0.5 g 氯化亚锡溶于 100 mL 1+1 盐酸中。
- 4.5 250 g/L 硫氰酸钾溶液。
- 4.6 15 g/L 三氯化钛溶液:取 2.5 mL 150 g/L 三氯化钛于 25 mL 量瓶中,用 1+3 盐酸稀释至刻度,临用前配制。
- 4.7 标准溶液:称取 1.793 6 g 钨酸钠( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于少量水并移入 1 000 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,此液 1 mL=1 mg 钨。

5 采样

将微孔滤膜安装在采样夹内,以 5 L/min 的速度采集 50 L 空气样品。

6 分析步骤

6.1 对照试验 将装好滤膜的采样夹带到采样点,除不采集空气外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。

6.2 样品处理 将采过样的微孔滤膜放入锥形瓶中,放入 2 mL 1+9 的高氯酸-硝酸混合消解液放在电炉上加热消解,待滤膜消解后,消解液呈淡棕色,取下。加 20 mL 混合酸,继续消解至冒白烟,消解液呈无色透明为止。取下放冷,转移入 100 mL 量瓶中,用水洗涤锥形瓶,洗涤液倒入量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。取 10 mL 于 25 mL 比色管中,待分析。

6.3 标准曲线的绘制 按表 1 配制标准管。

表 1 钨标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液, mL	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
蒸馏水, mL	1.00	0.80	0.60	0.40	0.20	0
钨的含量, $\mu\text{g}$	0	20	40	60	80	100

按样品操作步骤处理各标准管,最后从 100 mL 量瓶中量取 10 mL 溶液于 25 mL 比色管中。

向标准管中各加 5 mL 氯化亚锡溶液,2 mL 硫氰酸钾溶液,再加 0.5 mL 三氯化钛溶液,摇匀,于 400 nm 波长下,用 20 mm 比色杯测量吸光度,以钨含量( $\mu\text{g}$ )对吸光度绘制标准曲线。

6.4 测定 同标准管的操作测定样品管的吸光度,由标准曲线查得钨的含量。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积  $V_0$ 。

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V_0$ ——标准状况下的采样体积, L;  
 $V$ ——采样体积, L;  
 $p$ ——采样场所的大气压力, kPa;  
 $t$ ——采样场所的气温,  $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 按式(2)计算空气中钨的浓度。

$$c = \frac{10 m}{V_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c$ ——空气中钨的浓度,  $\text{mg}/\text{m}^3$ ;  
 $m$ ——所取样品溶液中钨的含量,  $\mu\text{g}$ ;  
 $V_0$ ——标准状况下的样品体积, L。

## 8 说明

8.1 本法检出限为  $3 \mu\text{g}/10 \text{ mL}$ 。

8.2 在本法的实验条件下,钨浓度在  $20, 60, 100 \mu\text{g}/10 \text{ mL}$  时,变异系数分别为  $3.36\%$ ,  $2.29\%$ ,  $1.27\%$ 。

8.3 本法采样效率  $92\% \sim 100\%$ ,在采样过程中要防止污染,不能在高浓度的钨生产现场安装滤膜,保持采样夹和镊子等采样用具的清洁。采样、运输、储存时要防止滤膜上粉尘脱落。

8.4 样品消化完全的程度以白烟与溶液面脱离为佳,如白烟与溶液未脱离可能消化不完全。消解后样品若有白色沉淀出现,须澄清或离心后取上清液,不影响测定。

8.5 在本实验条件下, $200 \mu\text{g}$  的钼、铁, $100 \mu\text{g}$  的钴、镉、铜、镍, $50 \mu\text{g}$  的锰、锌对钨  $20 \mu\text{g}$  测定没有干扰。