



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.14—2012
代替 GB/T 4324.29—1984

GB/T 4324.14—2012

钨化学分析方法 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 14: Determination of residue content after chloride volatility—
Gravimetric method

中华人民共和国
国家标准
钨化学分析方法
第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定
重量法

GB/T 4324.14—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47177 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 4324.14—2012

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

5 试样的制备和要求

碳化钨和钨粉称量后应预先在 750 °C ~ 800 °C 灼烧成三氧化钨,铸造碳化钨称量后应预先在 750 °C ~ 800 °C 灼烧 2 h,使其烧成氧化物,冷却后,在玛瑙研钵中研细,再继续灼烧 1 h 以上,使其完全转化为三氧化钨。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 3.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 将管式电炉通电以加热石英反应管,使温度上升并保持在 750 °C ~ 800 °C。

6.3.2 将试料(6.1)置于铂舟内,打开氯化氢气体发生器的分液漏斗(预先盛有硫酸)的活塞,向预先盛有盐酸的锥形瓶中滴加硫酸,调节氯化氢气体流量约为 250 mL/min,并使其通过预先装有浓硫酸的气体干燥瓶。将盛有试料的铂舟推入反应管的高温区,接通氯化氢气体使挥发成分逸散。

6.3.3 从氯化开始经过 1.5 h ~ 2 h 到氯化完毕后,拔掉反应管塞,立即将铂舟拉到低温区,稍冷(不要使铂舟在无氯化氢时的高温区停放),取出,置于干燥器中(如残渣吸水严重,在从反应管中取出铂舟后可立即装入预先干燥好的带有磨口塞的玻璃套管内,塞好磨口塞,置于干燥器中,冷却至室温,连同玻璃管称量),冷至室温,称量(为确保完全氯化,可在称量后将原铂舟重新推入反应管高温区,通氯化氢气体 15 min,停气后立即将铂舟拉到低温区,稍冷取出,置于干燥器中冷至室温,称量。重复此操作直至恒量)。

6.3.4 将带有残渣的铂舟置于水中煮沸 5 min,取出冷却,洗净,用蒸馏水冲洗后擦干,置于原反应管内灼烧 5 min,取出,置于干燥器中,冷至室温,称量(空铂舟也可重复洗涤,灼烧,称量,直至恒量)。

7 分析结果的计算

氯化挥发后残渣含量以氯化挥发后残渣的质量分数 $\omega_{\text{氯化挥发后残渣}}$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$\omega_{\text{氯化挥发后残渣}} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——氯化残渣和铂舟的质量,单位为克(g);

m_2 ——铂舟的质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 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

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 个部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 7 部分:钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 8 部分:镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法;
- 第 9 部分:镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 12 部分:硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法;
- 第 13 部分:钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 14 部分:氯化挥发后残渣量的测定 重量法;
- 第 15 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 16 部分:灼烧损失量的测定 重量法;
- 第 17 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 18 部分:钾量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 19 部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法;
- 第 20 部分:钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 21 部分:铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 22 部分:锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 23 部分:硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法;
- 第 24 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 25 部分:氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法;
- 第 26 部分:氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法;
- 第 27 部分:碳量的测定 高频燃烧红外吸收法;
- 第 28 部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 14 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4324.29—1984《钨化学分析方法 重量法测定氯化挥发后残渣量》。本部分与 GB/T 4324.29—1984 相比,主要技术变化如下:

- 适用范围中增加了铸造碳化钨;
- 将“测定次数”中“三次”改为“两次”;
- 将“试料量”中“3.000~5.000 g”改为“3.000 g”。

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：株洲硬质合金集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。
 本部分主要起草人：尹华、张颖、郭丽萍、王吉申、易建波、彭宇、赵声志、张江峰。
 本部分所代替标准的历次版本发布情况为：
 ——GB/T 4324.29—1984。

钨化学分析方法 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了三氧化钨、钨粉、碳化钨及铸造碳化钨中氯化挥发后残渣量的测定方法。
 本部分适用于三氧化钨、钨粉、碳化钨及铸造碳化钨中氯化挥发后残渣量的测定。测定范围为 0.02%~0.20%。

2 方法提要

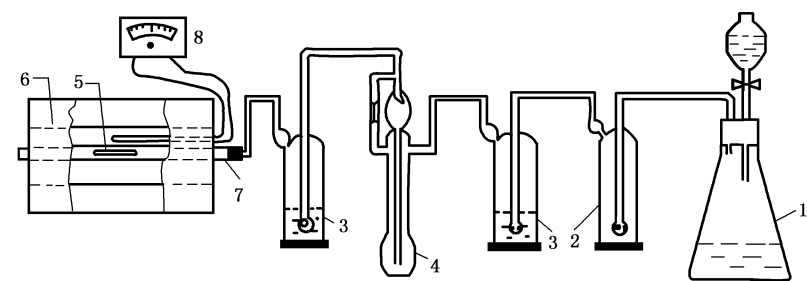
试样在 750 °C~800 °C 下通以氯化氢气体，使挥发成分逸散后以重量法测定残渣。

3 试剂和材料

- 3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
 3.2 盐酸-氯化钠混合液：2 份盐酸(ρ 1.19 g/mL)与 1 份氯化钠按质量比混合。

4 仪器和设备

- 4.1 管式电炉，带温度控制器。
 4.2 氯化装置示意图见图 1。



说明：

- 1——氯化氢气体发生器；
 2——气体缓冲瓶；
 3——气体干燥瓶(内装浓硫酸)；
 4——气体流量计；
 5——铂舟(或石英舟)高 10 mm, 上口宽 15 mm, 底宽 10 mm, 上口长 85 mm, 下底长 80 mm；
 6——管式电炉:有效长度约 300 mm；
 7——石英反应管内径 19 mm~20 mm, 长 650 mm；
 8——热电偶高温计。

图 1