

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法
辛可宁重量法测定钨量UDC 669.15'27
:543.06

GB 7731.1—87

Methods for chemical analysis of ferrotungsten
The cinchonine gravimetric method for the
determination of tungsten content

本标准适用于钨铁中钨量的测定。测定范围：大于65%。由于钼干扰钨的测定，附录A(补充件)中给出了测定钼量的方法。

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

试样以硝酸、氢氟酸、硫酸溶解，溶液蒸发至冒大量白烟。以盐酸溶解可溶性盐类，不溶性残渣以碳酸钠和三氧化二硼熔融。用热水溶解熔融物，以辛可宁和 α -安息香肟沉淀钨，分离，灼烧，称量不纯的氧化物。以碳酸钠熔融，用热水溶解沉淀，分离，灼烧称重，两次质量之差即为氧化钨量。若试样含有钼，则进行钼的光度测定，然后校正钨量。

2 试剂

- 2.1 碳酸钠，无水。
- 2.2 柠檬酸氢二铵。
- 2.3 三氧化二硼。
- 2.4 氢氟酸($\rho=1.15\text{g/mL}$)。
- 2.5 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)。
- 2.6 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)。
- 2.7 盐酸(1+9)。
- 2.8 盐酸(1+99)。
- 2.9 硫酸(1+1)。
- 2.10 丙酮。
- 2.11 乙醇，无水。
- 2.12 氢氧化铵(1+1)。
- 2.13 氯化铵溶液(2%)。
- 2.14 辛可宁溶液(12.5%)：称取125g辛可宁溶解于盐酸(1+1)中，并用该酸稀释至1 000 mL，混匀。
- 2.15 α -安息香肟溶液(3%)：称取3g α -安息香肟溶于95mL丙酮(2.10)中，称入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 2.16 辛可宁- α -安息香肟洗涤液：取10mL辛可宁溶液(2.14)、5 mL α -安息香肟溶液(2.15)、25 mL盐酸(1+1)于1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 2.17 硫氰酸铵溶液(10%)。

中华人民共和国冶金工业部 1987-03-31批准

1988-03-01实施

GB 7731.1—87

2.18 氯化亚锡溶液(20%):使用时以盐酸(1+1)配制。

2.19 酚酞溶液(1%):以乙醇(2.11)配制。

3 试样

试样应通过0.088mm筛孔。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取1.000 0g试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于60mL铂坩中,加入5mL氢氟酸(2.4)滴加硝酸(2.5)使试样分解后,加15mL硫酸(2.9),在砂浴上加热,直至冒大量硫酸白烟。待冷后加10mL盐酸(2.6),加入30mL热水。溶解可溶性盐类。

4.3.2 以致密滤纸过滤于600mL烧杯中,以盐酸(2.7)洗涤滤纸和沉淀,用少量氢氧化铵(2.12)使滤纸上钨酸沉淀溶解,然后以氯化铵溶液(2.13)洗涤滤纸。将溶解、洗涤所得的溶液与滤液合并。

4.3.3 将滤纸及不溶残渣移于原铂坩中,干燥、灰化,在750℃以下进行灼烧。冷却后,加入0.5g碳酸钠(2.1)和0.5g三氧化二硼(2.3)于高温炉中熔融。冷却,以热水溶解熔融物,以致密滤纸过滤于原600mL烧杯中,以热水洗涤滤纸。

4.3.4 加入10mL盐酸(2.6),煮沸5min,加热水至溶液体积约为450mL,加30mL辛可宁溶液(2.14)和少量纸浆。在90℃处保温30min,不时搅拌。然后置于室温静置4h(最好过夜)。

4.3.5 加入5mL α -安息香脒溶液(2.15),剧烈搅拌数分钟,在室温处静置1h,以致密滤纸加入少量纸浆过滤,用热的辛可宁- α -安息香脒洗涤液(2.16)洗涤三次,然后以冷盐酸(2.8)洗涤数次,最后用冷水洗涤。将沉淀连同滤纸移于铂坩中,灰化,加数滴硝酸(2.5)后,于砂浴上蒸发至干。在不超过750℃的高温炉中灼烧30min,在干燥器中冷却,称至恒量。

4.3.6 加5g碳酸钠(2.1)混匀,再覆盖1~2g碳酸钠(2.1),加热熔融,摇动坩,使熔融物与附在坩壁上的三氧化钨熔合,冷却,用热水溶解熔融物,加入少量乙醇(2.11),加热数分钟,过滤,以热水洗涤坩及残渣。保留滤液(A)。转移盛有残渣的滤纸于铂坩中,灼烧,再加1~2g碳酸钠(2.1)熔融。冷却,以水溶解融体,加入少量乙醇(2.11),过滤,以水充分洗涤残渣,保留滤液(B)。将盛有残渣的滤纸移于坩中,在不超过750℃高温炉中灼烧,冷却、称量。

5 分析结果的计算

按下式计算钨的百分含量:

$$W(\%) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4) - m' \times 0.7930}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——不纯三氧化钨及坩质量(4.3.5),g;

m_2 ——残渣及坩质量(4.3.6),g;

m_3 ——随同试样空白中不纯三氧化钨及坩质量,g;

m_4 ——随同试样空白中经碳酸钠熔融后所得残渣及坩质量,g;

m' ——三氧化钨的质量,g;

m_0 ——试样量,g。

GB 7731.1-87

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

%

钨 量	允 许 差
50.00~71.00	0.40
>71.00	0.45

GB 7731.1—87

附录 A
光度法测定钼量
(补充件)

本标准所得氧化钨中,可能含有微量钼,如果钼量未知就有必要用光度法测定钼来校正钨的含量。

A1 合并4.3.6款中A液和B液,加热浓缩溶液至80mL左右,移于100mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移取10.00mL溶液于50mL容量瓶中,加入2g柠檬酸氢二铵(2.2),搅拌使之溶解,加三滴酚酞溶液(2.19)以盐酸(2.6)调至红色消失并过量5mL,以后每加入一种试剂要混匀,加入5mL硫氰酸铵溶液(2.17)、20mL丙酮(2.10)和7mL氯化亚锡溶液(2.18),以丙酮(2.10)稀释至刻度,充分混匀。将部分溶液置于比色皿中,以丙酮为参比液,在波长460nm处,在15min以内测量其吸光度。

A2 减去随同试样空白吸光度,从工作曲线上查出相应的钼含量。

A3 工作曲线的绘制:移取0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00mL钼标准溶液(0.5 μ gMo/mL)分别置于50mL容量瓶中,以下按A1中自“加入2g柠檬酸氢二铵(2.2)”起进行,减去试剂空白的吸光度,以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

A4 分析结果的计算

按下式计算钼量:

$$m = \frac{m_1 \times 1.50}{m_0 r}$$

式中: m ——氧化钨中氧化钼量, g;

m_1 ——从工作曲线上查得的钼量, g;

m_0 ——试样量, g;

r ——试液分取比。

附加说明:

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 583—65《钨铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7731.1—87 I