

中华人民共和国国家标准

镍基合金粉化学分析方法 辛可宁重量法测定钨量

UDC 669.245-492.2
:543.062

GB 8638.11-88

Nickel base alloy powder—Determination of tungsten content
—Cinchonine gravimetric method

本标准适用于镍基合金粉末中钨量的测定。测定范围:1%~15%。

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

试样经酸溶解,在盐酸溶液中,经硝酸氧化,钨形成钨酸沉淀,加入辛可宁使钨酸沉淀完全,经过滤,灼烧,用氢氟酸挥发除硅,再灼烧,称量,即为不纯氧化钨质量。用碳酸钠熔融,过滤,滤液测定三氧化钨量,不溶残渣灼烧称量,从不纯氧化钨质量中减去这些氧化物质量,即为纯的三氧化钨的质量。

2 试剂

- 2.1 无水碳酸钠。
- 2.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 2.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 2.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 2.5 高氯酸(ρ 1.69 g/mL)。
- 2.6 盐酸(1+1)。
- 2.7 硫酸(1+1)。
- 2.8 磷酸(1+1)。
- 2.9 氢氧化铵(1+1)。
- 2.10 硫酸铜溶液(1%)。
- 2.11 碳酸铵溶液(5%)。
- 2.12 柠檬酸铵溶液(50%)。
- 2.13 硫氰酸铵溶液(50%)。
- 2.14 硫脲溶液(5%);称取 5 g 硫脲溶于 100 mL 沸水中。
- 2.15 辛可宁溶液:称取 12.5 g 辛可宁,用盐酸(2.6)溶解并稀释至 100 mL。
- 2.16 辛可宁溶液:移取 30 mL 辛可宁溶液(2.15),用水稀释至 1 000 mL。
- 2.17 钨标准贮存溶液:移取 0.200 0 g 纯钨,加少量硝酸(2.3)溶解,加 10 mL 硫酸(2.7),加热至冒硫酸烟,冷却,用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200 μ g 钨。
- 2.18 钨标准溶液:移取 25.00 mL 钨标准贮存溶液(2.17),于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 钨。

3 仪器

马弗炉、分光光度计。

4 分析步骤

4.1 测定次数

平行测定两次,取其平均值。

4.2 试样量

移取 0.500 0~1.000 g 试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.2)置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(2.6),低温加热溶解,慢慢滴加硝酸(2.3)至试样完全溶解,〔难溶试样可滴加氢氟酸(2.4)助溶〕。加 15~20 mL 高氯酸(2.5),加热蒸发至冒高氯酸烟,将铬氧化成六价。滴加 2~3 mL 盐酸(2.2)挥铬,继续加热冒高氯酸烟,稍冷,加入 30 mL 盐酸(2.6),加热溶解盐类,加入 130 mL 水,煮沸 1 h,慢慢加入 5 mL 辛可宁溶液(2.15),充分搅拌后在 70~80℃ 保温 4 h 或放置过夜。

4.4.2 用带有少量纸浆的致密定量滤纸过滤,用热的辛可宁溶液(2.16)洗涤沉淀 10 次以上,将沉淀及滤纸置于铂坩锅中,灰化,于 750~800℃ 的马弗炉内灼烧 40 min,取出冷却,用水湿润沉淀,加 2 滴硫酸(2.7),加 2~3 mL 氢氟酸(2.4),小心加热蒸发至冒尽硫酸白烟为止,再于 750~800℃ 的马弗炉中灼烧 30 min。取出,置于干燥器中冷却至室温,称量。再灼烧至恒量,即为坩锅及不纯三氧化钨的质量。

注:若原烧杯壁沾有钨酸未能洗净时,可用氢氧化铵(2.9)湿润过的滤纸片擦下,一并放入铂坩锅中。

4.4.3 于坩锅中加入 5 g 无水碳酸钠(2.1),熔融,冷却,置于 200 mL 烧杯中,用热水浸取,加热溶解熔块,洗净坩锅后取出。将溶液煮沸并在 70~80℃ 保温 1~2 h。用带有少量纸浆的致密定量滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,以热碳酸铵溶液(2.11)洗涤沉淀和滤纸 10 次,再用热水洗 1~2 次,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。溶液供测定钨。

4.4.4 将沉淀及滤纸置于原铂坩锅中,灰化后,于 750~800℃ 的马弗炉中灼烧 30 min,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量。并灼烧至恒量(即为坩锅及铁钛等氧化物质量)。

4.5 钨的校正

4.5.1 移取 5 mL 滤液(4.4.3)两份,分别置于 50 mL 容量瓶中(取量视钨量而定)。

4.5.2 显色溶液:于一份溶液中加入 2 mL 柠檬酸铵溶液(2.12),用硫酸(2.7)酸化并过量 5 mL,加 2 mL 硫酸铜溶液(2.10),10 mL 硫脲溶液(2.14)、2 mL 硫氰酸铵溶液(2.13),混匀,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3 参比溶液:于另一份溶液中除不加硫氰酸铵溶液外其余按 4.5.2 进行。

4.5.4 放置 15 min 后,以参比溶液(4.5.3)为参比,于分光光度计波长 470 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的钨量,并换算成三氧化钨的质量。

4.6 标准曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 钨标准溶液(2.18),除标准系列中零浓度溶液按 4.5.3 进行外,其余按 4.5.2 进行。以参比溶液为参比,于分光光度计波长 470 nm 处测量其吸光度。以钨量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按式(1)计算钨的百分含量:

$$W(\%) = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \times 0.7930}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 —— 坩锅及不纯氧化钨质量, g;

m_2 ——坩埚及铁、钛等氧化物质量, g;

m_3 ——三氧化钨质量, g;

m_0 ——称样量, g。

0.793 0——三氧化钨换算成钨的系数。

6 允许差

试验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

钨 量	允 许 差
1.00~3.00	0.10
>3.00~6.00	0.14
>6.00~10.00	0.20
>10.00~15.00	0.28

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人杨秋萍、胡晓燕。