中华人民共和国国家标准

UDC 669.27:543
.278

GB 4324.29—84

钨化学分析方法
重量法测定氯化挥发后残渣量

Methods for chemical analysis of tungsten
The gravimetric method for the determination of residue content after chloride volatility

本标准适用于三氧化钨、钨粉、碳化钨中氯化挥发后残渣量的测定。测定范围：0.02～0.20%。

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

试样在750～800℃下通以氯化氢气体，使挥发成分逸散后以重量法测定残渣。

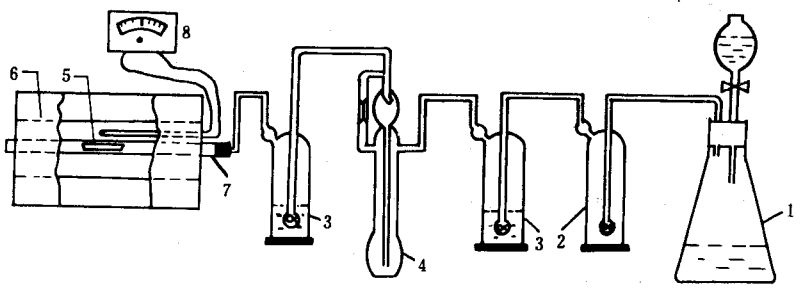
2 试剂与材料

2.1 硫酸（比重1.84）。

2.2 盐酸－氯化钠混合液：2份盐酸（比重1.19）与1份氯化钠按质量比混合。

3 仪器

测定氯化挥发后残渣量的装置示意图，见下图。



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10mm，上口宽15mm，底宽10mm，上口长85mm，下底长80mm；6—管式电炉：有效长度约300mm；7—石英反应管内径19～20mm，长650mm；8—热电偶高温计

4 分析步骤

4.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

4.2 试样量

称取3.000～5.000g试样。

钨粉和碳化钨称量后应于750～800℃灼烧成三氧化钨。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

4.3 测定

4.3.1 将管式电炉(6)通电以加热石英反应管(7)，使温度上升并保持在750～800℃。

4.3.2 将试样(4.2)置于铂舟或石英舟(5)内，打开氯化氢气体发生器的分液漏斗〔预先盛有硫酸(2.1)〕的活塞，向预先盛有盐酸－氯化钠混合液的锥形瓶中滴加硫酸，调节氯化氢气体流量约为250ml/min，并使其通过预先装有浓硫酸的气体干燥瓶。将盛有试样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。

4.3.3 从氯化开始经过1.5～2 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在高温区停放)，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，通氯化氢气体氯化15min，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)。

4.3.4 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)。

5 分析结果的计算

按下式计算氯化挥发后残渣的百分含量：

$$氯化挥发后残渣(\%)=\frac{m_1-m_2}{m}\times 100$$

式中：m_1——氯化残渣和铂舟的质量，g；

m_2——铂舟的质量，g；

m——试样量，g。

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。

%

氯化挥发后残渣量	允 许 差
0.02～0.05	0.02
>0.05～0.12	0.03
>0.12～0.20	0.04

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人王吉申。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 895—77《钨化学分析方法》作废。