

YS/T XXXX.3-202X

ICS 73.060

D 42

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

钴铬钨系合金粉末化学分析方法

第3部分：钨含量的测定 重量法

Methods for chemical analysis of cobalt-chromium-tungsten Alloy powders- Part3: determination of tungsten content

gravimetric method

（讨论稿）

前言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX-202X 《钴铬钨系合金粉末化学分析方法》的第3部分。

YS/T XXXX-202X 《钴铬钨系合金粉末化学分析方法》分为8个部分：

——第1部分：钴含量的测定电位滴定法；

——第2部分：铬含量的测定硫酸亚铁铵滴定法；

——第3部分：钨含量的测定重量法；

——第4部分：镍含量的测定丁二酮肟分光光度法；

——第5部分：硅含量的测定钼蓝分光光度法；

——第6部分：铁、锰含量的测定电感耦合等离子体光谱法；

——第7部分：碳含量的测定高频燃烧红外吸收法；

——第8部分：氧含量的测定加热惰气熔融-红外吸收法。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准负责起草单位：北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、广东省科学院工业分析检测中心、广西壮族自治区分析测试研究中心。

本部分主要起草人：

钴铬钨系合金粉末化学分析方法

第3部分：钨含量的测定

重量法

1范围

本部分规定了钴铬钨合金粉末中钨含量的测定方法。

本部分适用于钴铬钨合金粉末中钨含量的测定。测定范围：2.00%～15.00%。

2方法提要

试样在少量氟化氢铵存在下，以盐酸、过氧化氢和硝酸溶解样品，加入高氯酸加热至冒高氯酸白烟，钨呈钨酸析出，过滤，使之与大部分共存离子分离后，用热氨水溶解钨酸，浓缩至小体积，加入盐酸酸化，在硝酸存在下，加入高氯酸加热至冒白烟，钨酸析出，过滤，滤液经蒸干、灼烧，在干燥器中冷却至室温称重，反复灼烧至恒重。用电感耦合等离子体光谱法测定残渣中的钨量，补正结果。当钼含量大于0.3%时，需要进行结果校正。

3试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1电感耦合等离子体发射光谱仪（安捷伦725）。

3.2盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.3硝酸（ρ1.42）。

3.4高氯酸（ρ1.76 g/mL）。

3.5高氯酸（1+99）。

3.6王水（盐酸：硝酸=3:1）。

3.7过氧化氢（市售30%）。

3.8氟化氢铵。

3.9酒石酸溶液（200g/L）。

3.10氨水（1+2）。

3.11过氧化钠。

3.12氢氧化钠。

3.13氢氧化钠溶液（100g/L）。

3.14硫酸（1+1）。

3.15硫脲（50g/L）。

3.16硫氰化钾（400g/L）。

3.17硫酸铜溶液（0.5%）。

3.18钨标准贮存溶液：称取1.2610g经烘干的纯三氧化钨（*w*WO3≥99.95%以上），置于250mL烧杯中，加入48(3.12)g氢氧化钠，约100mL水，微热至溶解完全，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液1mL含lmg钨。

3.19钼标准贮存溶液：称取0.1500g经550℃灼烧过的三氧化钼[*w* (MoO3) ≥99.95%]，置于250mL烧杯中，加入适量氢氧化钠（3.13）溶液，加热至溶解完全，冷却后，用氢氧化钠（3.13）溶液移入1000mL容量瓶并稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液1mL含l00µg钼。

3.20钼标准溶液：移取25mL钼标准贮存溶液于100mL塑料容量瓶中，加入20mL氢氧化钠（3.13）溶液，用水并稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含25µg钼。

4试样

试样粒度应不大于96μm。

5 试验步骤

5.1 试料

称取0.5g试样，精确至0.0001g。

5.2 平行试验

平行做两份试验。

5.3测定

5.3.1称取试样0.5g (精确至0.0001g)，置于250mL烧杯中，加入40mL盐酸（3.2），3mL过氧化氢（3.7），盖上表面皿，待剧烈反应后，加入1.0-1.5g氟化氢铵（3.8），10mL硝酸（3.3），置于沸水浴中反应40min～50min，期间不时摇动，若反应缓慢时，加入5mL王水（3.6），继续沸水浴至样品完全反应，取下稍冷，加入3mL高氯酸（3.4），置于中低温电热板上加热至冒高氯酸烟1min，取下稍冷，用水冲洗表面皿和杯壁，加水约40mL，加热煮沸2-3min，取下冷却。

5.3.2使用慢速定量滤纸过滤于200mL容量瓶中，用倾泻法以高氯酸（3.5）洗涤洗烧杯内壁和沉淀各4次，用水各洗1次，取下容量瓶，滤液留做与5.3.4中滤液合并备用。

5.3.3用20mL热氨水（3.10）溶解沉淀于原烧杯中，将烧杯置于沸水浴中加热至约10mL，取下稍冷，缓慢加入30mL王水(3.6)， 0.5g氟化氢铵（3.8），置于沸水浴中保温30-40min，取下稍冷，加入2mL高氯酸（3.4），置于中低温电热板上加热至冒高氯酸烟1min，取下冷却，用水冲洗表面皿和杯壁，加水至约40mL，加热煮沸2-3min，取下冷却。

5.3.4使用慢速定量滤纸过滤于原容量瓶(5.3.2)中，并将烧杯中的残渣移入漏斗中，用小块滤纸擦拭烧杯。用倾泻法以高氯酸（3.5）洗涤洗烧杯内壁和沉淀各4次，用水各洗1次，取下容量瓶（待钨酸溶于铂皿并洗净后，再将此溶液倒入原烧杯中留浸取残渣用）。用20mL热氨水（3.10）吹洗滤纸使钨酸溶解于已恒重的铂皿中，并将铂皿置于沸水浴中蒸发至干后，移至垫有石棉板的电炉上，加热驱尽铵盐，置于已升温至780℃-800℃的高温炉中灼烧10min～15min，取出，稍冷，将其置于干燥器中冷却至室温后称重，并反复灼烧至恒重。

5.3.5将5.3.4中的滤纸和残渣与5.3.2中的滤纸和残渣合并与原25mL高型刚玉坩埚中，在105℃烘箱中烘干后移入炉门微开的500℃高温炉中灰化至完全。取出稍冷。加入2g过氧化钠（3.11）于坩埚中，用细玻璃棒搅匀，用小毛刷扫净细玻璃棒，再覆盖1g过氧化钠（3.11），将坩埚移入已升温至500℃的高温炉中，继续升温至750℃，熔融20min，取出稍冷。在250mL烧杯中加入10mL酒石酸（3.9）溶液，20 mL水，将坩埚放置于烧杯中，加热，待熔块溶解后，加入20mL盐酸（3.2），煮至溶液清亮，洗出坩埚，冷却，合并于原容量瓶(5.3.4)中，定容，摇匀。

5.3.6残渣和滤液中钨的测定：

取20mL滤液（5.3.5）于100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。

将于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的波长207.912 nm处，与标准溶液系列同时测定试液及随同试料空白溶液中钨的发射强度，由工作曲线计算出钨的质量浓度。

5.3.7钨工作曲线的绘制。

分别移入0mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL、20.00mL钨标准溶液（3.18）于一组100mL的容量瓶中加入20mL碱空白溶液， 10mL酒石酸溶液（3.9）和10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的波长207.912 nm处，测定系列标准溶液中钨的发射强度。以钨的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.3.8三氧化钨中钼量的测定。

用20mL氢氧化钠溶液（3.13）水浴溶解铂皿中三氧化钨，待沉淀完全溶解后，取下冷却后移入100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

移取10mL溶液，置于50mL比色管中（取量视钼量而定），加入5mL酒石酸溶液（3.9），用水补足至25mL，加入10mL硫酸（3.14）和2mL硫酸铜溶液（3.17），摇匀，冷却后，加入4mL硫脲（3.15），混匀，放置10min，加入2mL硫氰酸钾（3.16）用水稀释至刻度，摇匀，放置20min后，将部分溶液移入1cm的比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长460nm处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的钼量。

5.3.9钼工作曲线的绘制。

分别移取0mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL钼标准溶液（3.20），分别置于一组50mL置于50mL比色管中，用水补足至25mL，以下按5.3.8进行，测定其吸光度，以钼量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6 试验数据处理

钨含量以钨的质量分数计，数值以%表示，按公式（1）计算：

……（1）

式中：

*m1*——铂皿的质量，单位为克（g）；

*m2*——不纯三氧化钨和铂皿的总质量，单位为克（g）；

*m3*——从工作曲线上查得的钼量，单位为克（µg）；

*ρ*——自工作曲线上查得的测定分取残渣试液中钨的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V0*——残渣试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*1——分取残渣试液体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——测定分取残渣试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V3*——三氧化钨试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*4——分取三氧化钨试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m0*——样品的质量，单位为克（g）；

0.7930——三氧化钨换算成钨的系数；

计算结果表示到小数点后两位。

7 精密度

7.1 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，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法或外延法求得：

表1重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*W/ % |  |  |  |  |
| *r* / % |  |  |  |  |

7.2 再现性

在再现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，这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*W*/*% |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |

8试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/TXXXX.3-202X）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。