SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0951—2000

进出口仲钨酸铵中三氧化钨含量的测定

Method for the determination of tungsten trioxide content in ammonium paratungstate for import and export

2000-09-15 发布　　2000-12-31 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局　发布

前　言

本标准按照GB/T 1.1—1993《标准化工作导则　第1单元:标准的起草与表述规则　第1部分:标准编写的基本规定》和GB/T 1.4—1988《标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定》的要求编写。

本标准规定了出口仲钨酸铵中三氧化钨含量的测定方法。

本标准系首次发布的检验检疫行业标准。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准由中华人民共和国广东出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人:沈文洁、凌菊青、陈　强、刘师南、关迪峰、刘志远。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

进出口仲钨酸铵中三氧化钨含量的测定

SN/T 0951—2000

Method for the determination of tungsten trioxide content in ammonium paratungstate for import and export

1 范围

本标准规定了进出口仲钨酸铵中三氧化钨含量的测定方法。

本标准适用于生产硬质合金和钨制品等粉末冶金产品用的仲钨酸铵中三氧化钨含量的测定。

测定范围:88.5%以上。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 10116—1988 仲钨酸铵

3 方法提要

试样用氨水溶解,加入盐酸使析出钨酸沉淀,再加入盐酸辛可宁溶液使钨酸沉淀完全,并与杂质分离,沉淀经过滤、洗涤、灼烧后用氢氟酸除硅,再灼烧后称三氧化钨量。

4 试剂和溶液

本标准所用试剂和水,均指分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 盐酸:6 mol/L。

4.2 氢氟酸:ρ=1.13 g/mL。

4.3 硫酸:9 mol/L。

4.4 氨水溶液:15% (m/m)。

4.5 盐酸溶液:3 mol/L。

4.6 盐酸辛可宁溶液(100 g/L):

称 10 g 辛可宁溶于 100 mL 盐酸溶液中,过滤备用。

4.7 盐酸辛可宁洗液(3 g/L):

取 30 mL 盐酸辛可宁溶液与 30 mL 盐酸混匀,用水稀释至 1 000 mL,摇匀备用。

5 仪器设备

5.1 铂坩埚。

5.2 高温炉:750℃±20℃。

5.3 水浴锅:70℃±5℃,100℃。

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 2000-09-15 批准　　2000-12-31 实施

6 取样

样品的抽取按 GB/T 10116 的规定。

7 分析步骤

称取 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 高型烧杯中，加入氨水溶液 40 mL，盖上表面皿，在低温电炉上加热，使溶液保持近沸腾状态，边加热边搅拌至试样完全溶解，取下冷却至室温后加入盐酸 10 mL，小心煮沸后置于沸水浴上蒸发浓缩至体积约 10 mL。

用 70℃温水将上述溶液稀释至 70 mL～80 mL，在不断搅拌下加入盐酸辛可宁溶液 10 mL，置于水浴(70℃±5℃)上保温 1 h，每隔 20 min 搅拌一次，用倾泻法过滤溶液(用 11 cm 定量慢速滤纸)，玻璃棒及烧杯壁上附着的沉淀用定量慢速滤纸擦净，沉淀物用盐酸辛可宁洗液洗涤多次，控制滤液和洗液体积为 180 mL 左右。将沉淀和滤纸移入一已恒重的铂坩埚中，在电炉上小心灰化后置于高温炉(750℃)中灼烧 10 min，取出，冷却至室温后加入 3 mL～5 mL 氢氟酸及数滴硫酸，于沸水浴上蒸至近干后移至电炉上加热，使冒尽白烟，再置于高温炉(750℃)中灼烧 30 min，取出，置于干燥器内冷却至室温，称重，反复几次直至恒重。

注：用氨水溶解试样时，应尽量避免令溶液剧烈沸腾，减少氨水的挥发。若经长时间溶解后溶液始终显得浑浊或有残渣，应用定量滤纸过滤，然后用温热的氨水[1.5%(*m*/*m*)]多次充分洗涤烧杯和滤纸，集齐滤液和洗液继续余下的实验。

8 分析结果的表述

三氧化钨含量以质量百分数表示，按式(1)计算：

$$X(\%) = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：X——三氧化钨的质量百分含量，%；

m_0——坩埚的质量，g；

m_1——坩埚和沉淀的质量，g；

m——试样质量，g。

取两次测定的平均值，结果保留二位小数。

9 精密度

$r=0.25\%$

$R=0.42\%$

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准

进出口仲钨酸铵中三氧化钨含量的测定

SN/T 0951—2000

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
电　　话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
版权专有　不得翻印
*

开本 880×1230　1/16　印张 1/2　字数 5 千字
2001 年 2 月第一版　2001 年 2 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号：155066・2-13493　定价 6.00 元