



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.14—2012
代替 GB/T 4324.29—1984

钨化学分析方法 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 14: Determination of residue content after chloride volatility—
Gravimetric method

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 个部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法；
- 第 9 部分：镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法；
- 第 15 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 16 部分：灼烧损失量的测定 重量法；
- 第 17 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 22 部分：锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法；
- 第 24 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法；
- 第 27 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 28 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 14 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4324.29—1984《钨化学分析方法 重量法测定氯化挥发后残渣量》。本部分与 GB/T 4324.29—1984 相比，主要技术变化如下：

- 适用范围中增加了铸造碳化钨；
- 将“测定次数”中“三次”改为“两次”；
- 将“试料量”中“3.000~5.000 g”改为“3.000 g”。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

GB/T 4324.14—2012

本部分起草单位：株洲硬质合金集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人：尹华、张颖、郭丽萍、王吉申、易建波、彭宇、赵声志、张江峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.29—1984。

钨化学分析方法

第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定

重量法

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了三氧化钨、钨粉、碳化钨及铸造碳化钨中氯化挥发后残渣量的测定方法。本部分适用于三氧化钨、钨粉、碳化钨及铸造碳化钨中氯化挥发后残渣量的测定。测定范围为 0.02%~0.20%。

2 方法提要

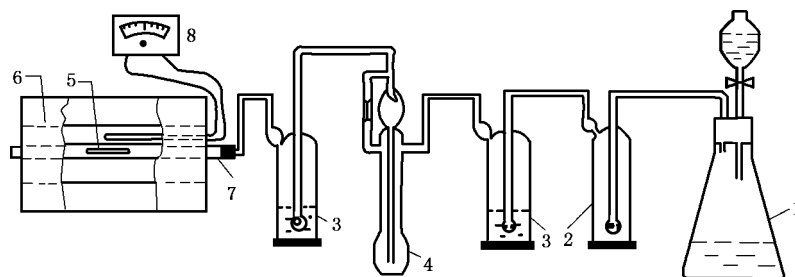
试样在 750 °C~800 °C 下通以氯化氢气体,使挥发成分逸散后以重量法测定残渣。

3 试剂和材料

- 3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.2 盐酸-氯化钠混合液:2 份盐酸(ρ 1.19 g/mL)与 1 份氯化钠按质量比混合。

4 仪器和设备

- 4.1 管式电炉,带温度控制器。
- 4.2 氯化装置示意图见图 1。



说明:

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

图 1