

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.11—2009
代替 YS/T 539.11—2006

镍基合金粉化学分析方法 第 11 部分：钨量的测定 辛可宁称量法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 11: Determination of tungsten content—
Cinchonine gravimetric analysis

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：硼量的测定 酸碱滴定法；
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法；
- 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；
- 第 7 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 8 部分：铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 9 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法；
- 第 10 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钨量的测定 辛可宁称量法；
- 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 13 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法。

本部分是 YS/T 539 的第 11 部分。

本部分代替 YS/T 539.11—2006《镍基合金粉化学分析方法 辛可宁重量法测定钨量》。

本部分与 YS/T 539.11—2006 相比较主要变化如下：

- 增加了前言；
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：佟伶、杨秋萍、胡晓燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8638.11—1988；
- YS/T 539.11—2006。

镍基合金粉化学分析方法

第 11 部分:钨量的测定

辛可宁称量法

1 范围

YS/T 539 的本部分规定了镍基合金粉中钨含量的测定方法。

本部分适用于镍基合金粉中钨含量的测定,测定范围:1%~15%。

2 方法提要

试料经酸溶解,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,即为不纯三氧化钨质量。用碳酸钠熔融,热水浸取溶解后过滤,滤液测定三氧化钼量,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。

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 无水碳酸钠。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 3.5 高氯酸(ρ 1.69 g/mL)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 硫酸(1+1)。
- 3.8 磷酸(1+1)。
- 3.9 氨水(1+1)。
- 3.10 硫酸铜溶液(10 g/L)。
- 3.11 碳酸铵溶液(50 g/L)。
- 3.12 柠檬酸铵溶液(500 g/L)。
- 3.13 硫氰酸铵溶液(500 g/L)。
- 3.14 硫脲溶液(50 g/L):称取 5 g 硫脲溶于 100 mL 沸水中。
- 3.15 辛可宁溶液(125 g/L):称取 12.5 g 辛可宁,用盐酸(3.6)溶解并稀释至 100 mL。
- 3.16 辛可宁洗液(3.75 g/L):移取 30 mL 辛可宁溶液(3.15),用水稀释至 1 000 mL。
- 3.17 钼标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 纯钼($w(\text{Mo})\geq 99.99\%$),加少量硝酸(3.3)溶解,加 10 mL 硫酸(3.7),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 μg 钼。
- 3.18 钼标准溶液:移取 25.00 mL 钼标准贮存溶液(3.17),于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 钼。

4 仪器

分光光度计。