

ICS 77.120.99
H 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 23368.1—2009

偏钨酸铵化学分析方法 第1部分：水不溶物量的测定 称量法

Methods for chemical analysis of ammonium metatungstate—
Part 1: Determination of water insoluble content—
Gravimetric analysis

2009-03-19 发布

2010-01-01 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

偏钨酸铵化学分析方法

第 1 部分：水不溶物量的测定 称量法

1 范围

GB/T 23368 的本部分规定了偏钨酸铵中水不溶物量的测定方法。

本部分适用于偏钨酸铵中水不溶物量的测定，测定范围为 0.002 5%~2%。

2 方法提要

试料用水溶解，过滤分离其不溶物，干燥后的质量值即为水不溶物量。

3 试剂与材料

3.1 蒸馏水(或去离子水)，控制在 25 ℃±5 ℃。

3.2 玻璃砂芯坩埚，G4。

4 试样

偏钨酸铵样品无需经过特殊处理，可直接用于分析。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样，精确到 0.01 g。

表 1

偏钨酸铵牌号	试料量/g
AMT-P	71.4
AMT-J	79.3

5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)溶于 70 mL~80 mL 蒸馏水(或去离子水)(3.1)中，待溶解清亮后，移入 100 mL 容量瓶中，用蒸馏水(或去离子水)(3.1)稀释至刻度，摇匀。

5.3.2 将试液(5.3.1)于已经干燥、恒量的玻璃砂芯坩埚(3.2)中过滤，以蒸馏水(或去离子水)(3.1)洗涤，直至洗涤后的水中不含钨为止(以硫氢酸盐显色法检验，见附录 A)。将砂芯坩埚放入 105 ℃~110 ℃恒温干燥箱中保温 1 h，取出后置于干燥器中冷却至室温，称量。再放入 105 ℃~110 ℃恒温干燥箱中保温 30 min，取出后置于干燥器中冷却至室温，称量。重复此操作至恒量。

6 分析结果的计算

水不溶物的质量分数以 w_1 计，数值以 % 表示，按公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_1 ——干燥后试料与砂芯坩埚的质量，单位为克(g)；

m_0 ——玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克(g)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

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2数据采用线性内插法求得。

表 2

水不溶物的质量分数/%	0.003 20	0.230	1.790
重复性限(r)/%	0.000 43	0.021	0.094

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表3所列允许差。

表 3

水不溶物的质量分数/%	允许差/%
0.002 5~0.050 0	0.000 8
>0.050 0~0.100	0.012
>0.100~0.300	0.040
>0.300~0.500	0.070
>0.500~1.00	0.10
>1.00~2.00	0.15

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

附录 A
(规范性附录)

硫氰酸钾显色法检验滤液中的钨

A.1 方法提要

在盐酸介质中,用三氯化钛还原钨(VI)至钨(V),钨(V)与硫氰酸钾形成黄绿色络合物。

A.2 所用试剂

A.2.1 硫氰酸钾溶液(350 g/L)。

A.2.2 三氯化钛-盐酸混合液:移取 0.5 mL 三氯化钛溶液(150 g/L),用盐酸(2+3)稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

A.3 检验步骤

量取 10 mL 滤液于 50 mL 比色管中,加入 2 mL 硫氰酸钾溶液(A.2.1),以三氯化钛-盐酸混合液稀释至刻度。若溶液呈黄绿色,则有钨存在。
