

ICS 77.150
H 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 3457—1998

氧 化 钨

Tungstic oxide

1998-12-15 发布

1999-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准依据 1982 年以来国内氧化钨生产技术的发展、品种的增加和质量的显著提高等情况,对 GB/T 3457—1982 进行了相应的修改和补充。原标准名称是《三氧化钨技术条件》,这次补充蓝钨这一新品种,故改名为《氧化钨》。原标准只有一级、二级和三级,这次补充了质量更优的特级,去掉了质量低劣的三级,一级和二级品的质量有较大提高。

本标准从实施之日起,代替 GB/T 3457—1982《三氧化钨技术条件》。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由自贡硬质合金厂负责起草。

本标准主要起草人:范广志、菅得泰。

中华人民共和国国家标准

GB/T 3457—1998

氧化钨

代替 GB/T 3457—1982

Tungstic oxide

1 范围

本标准规定了氧化钨的分类、技术要求、试验方法及检验规则等。

本标准适用于生产氢还原钨粉用的三氧化钨(黄钨)和蓝色氧化钨(蓝钨)。

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 1479—1984 金属粉末松装密度的测定 第一部分:漏斗法

GB/T 3249—1982 难熔金属及化合物粉末粒度的测定方法 费氏法

GB/T 4324—1984 钨的化学分析方法

GB/T 5314—1985 粉末冶金用粉末的取样方法

3 产品分类

氧化钨分类、品级及牌号见表1。

表1

类别名称	简称	分子式	品级	牌号
三氧化钨	黄钨	WO ₃	特级	WO ₃ -0
			一级	WO ₃ -1
			二级	WO ₃ -2
蓝色氧化钨	蓝钨	W ₂₀ O ₅₈	特级	WO _x -0
			一级	WO _x -1
			二级	WO _x -2

注:蓝钨是指以 W₂₀O₅₈为主的混合氧化钨。

4 技术要求

4.1 黄钨呈浅黄色结晶粉末,蓝钨呈深蓝或蓝黑色结晶粉末。颜色均匀一致。

4.2 产品中无目视可见夹杂物或团块。

4.3 各牌号氧化钨粉末均应通过 250 μm(60目)筛孔。

4.4 蓝钨的相组成中, W₂₀O₅₈不少于 70%。

4.5 产品松装密度和粉末的平均粒度等由供需双方协商议定。

4.6 各牌号氧化钨的化学成分应符合表2规定:

表 2

%

牌 号		WO ₃ -0 WO _x -0	WO ₃ -1 WO _x -1	WO ₃ -2 WO _x -2
杂质含量 不大于	Al	0.000 5	0.001	0.001
	As	0.001	0.001	0.003
	Bi	0.000 1	0.000 1	0.000 5
	Ca	0.001	0.001	0.003
	Co	0.001	0.001	0.002
	Cr	0.001	0.001	0.001
	Cu	0.000 3	0.000 5	0.001
	Fe	0.001	0.001	0.003
	K	0.001	0.001 5	0.002
	Mg	0.000 7	0.001	0.002
	Mn	0.00 1	0.001	0.001
	Mo	0.002	0.005	0.02
	Na	0.001	0.001 5	0.003
	Ni	0.000 7	0.000 7	0.001
	P	0.000 7	0.001	0.002
	Pb	0.000 1	0.000 1	0.000 5
	S	0.000 7	0.001	0.001
	Sb	0.000 5	0.001	0.002
	Si	0.001	0.001	0.003
Sn	0.000 2	0.000 5	0.001	
Ti	0.001	0.001	0.002	
V	0.001	0.001	0.002	
	WO ₃ 煅烧损失	0.5	0.5	0.5

5 试验方法

- 5.1 产品外观质量用目视检查。
- 5.2 产品粒度测定方法按 GB/T 3249 进行。
- 5.3 产品的松装密度测定方法按 GB/T 1479 进行。
- 5.4 产品化学成分分析方法按 GB/T 4324 进行。
- 5.5 蓝钨的相组成仲裁分析方法按附录 A(标准的附录)进行。

6 检验规则

- 6.1 产品由供方质量监督部门进行检验,保证产品符合本标准规定,并填写质量证明书。
- 6.2 需方可对收到的产品进行检验,如检验结果与本标准规定不符时,在收到产品之日起 3 个月内向供方提出,双方协商解决。
- 6.3 产品应成批提交验收。每批由同一混合料组成。
- 6.4 产品仲裁分析取样方法按 GB/T 5314 进行。
- 6.5 分析检验结果不合格时,则加倍取样对该不合格项目进行复验。若仍有一个结果不合格时,则该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

- 7.1 产品采用内衬聚乙烯塑料袋(或再加布袋)的铁桶或木箱密封包装。包装桶(箱)外应注明:供方名

称、产品名称、产品牌号、批号和净重。

7.2 产品运输时应防止潮湿,不得倒放和剧烈碰撞。

7.3 产品应存放于干燥和无腐蚀性气氛之处。

7.4 每批产品应附有质量证明书,注明:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称;
- c) 产品牌号;
- d) 产品批号、净重和件数;
- e) 各项分析检验结果及检查部门印记;
- f) 本标准编号;
- g) 检验日期。

附录 A

(标准的附录)

蓝色氧化钨定量相分析方法

X 射线衍射法

A1 范围

本方法适用于蓝色氧化钨中的 WO_3 、 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 和 $\text{W}_{20}\text{O}_{58}$ 的百分含量测定。

A2 方法原理

一般物相的 X 射线衍射花样的强度随该物相在混合物中分量的增加而增加。

蓝色氧化钨中 WO_3 、 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 和 $\text{W}_{20}\text{O}_{58}$ 3 个相的质量吸收系数很接近,故可近似地采用质量吸收系数相同法来测定该 3 项的百分含量。 WO_3 、 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 和 $\text{W}_{20}\text{O}_{58}$ 三相在试样中的含量与这三相的衍射线强度有如下关系:

$$W_a = \frac{I_a}{I_{ap}} \times 100\%$$

式中: W_a ——混合物中 a 相重量百分数;

I_a ——混合物中 a 相衍射线强度;

I_{ap} ——纯 a 相同一衍射线强度。

A3 仪器设备

X 射线衍射仪,测量精度为 $\pm 0.05\%$ 。

A4 试样制备

A4.1 从试样袋内取出一定量蓝色氧化钨粉末试样,倒入玛瑙研钵中研细,使之均匀。

A4.2 将研磨好的粉末试样倒入试样框架内,用载波片垂直压紧压平成型。

A4.3 将制好的试样插入测角仪样品架上进行测量。

A5 测量方法

A5.1 开机步骤

A5.1.1 接通冷却水和总电源。

A5.1.2 接通稳压器和热交换器电源。

A5.1.3 接通工作台上电源及安全防护阀。

A5.1.4 接通控制驱动器电源和绘图仪电源,并检查正比计输入信号选择开关是否在 OFF 位置。

A5.1.5 将系统磁盘插入磁盘驱动器 FDD0 位置,将数据磁盘插入磁盘驱动器 FDD1 位置,然后接通磁盘驱动器电源、荧光屏电源及打印机电源,接通复位开关。

注:在开、停磁盘驱动器电源前,将磁盘驱动器手柄置于断开位置,以免由于瞬间电流将磁盘信号冲掉。

A5.2 试样的测量

A5.2.1 输入测量日期: 月 日 年。

A5.2.2 测量方式:F 方式。

A5.2.3 HV/PHA 设定:高压、基线、窗口、自动。

A5.2.4 接通工作台高压开关,使高压升到 20 kV,电流升到 2 mA。

A5.2.5 X 光管连续工作方式及条件

工作方式：依次连续测量1~50个试样，并依次同时收集其测量数据；每测完一个试样，X光管窗口关闭一次。测量终止后，自动将电压降为20 kV，电流降为2 mA；自动关闭高压开关。

工作条件：管电压40 kV；管电流30 mA。

A5.2.6 测角仪所用系统：右边，不加附件；辐射：Cu靶加石墨单色器，输入操作者姓名。

A5.2.7 测量条件的输入

程序号：

方式：连续数据收集；积分强度；常规测量

扫描角度：纯 WO_3 ：27.6°~30°；纯 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ ：29.7°~31.2°；待测试样：28°~31°

扫描速度：(0.5°~2°)/min

步进角度：0.01°~0.02°

平滑点，输出：9或11；21

量程：纯 WO_3 ：1000CPS；纯 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ ：1500CPS；待测试样：1000CPS

光栏狭缝：DS：1°；RS：0.3 mm；SS：1°；文件名：试样名

A5.2.8 将测角仪 θ 、 2θ 角调整到起始状态。

A5.2.9 输入起始和终止程序号。

A5.3 数据处理

A5.3.1 衍射峰的分峰：换上分峰磁盘，对 $\left(\begin{smallmatrix} 411 \\ 501 \end{smallmatrix}\right)$ 峰进行分离处理。

a) 输入分峰文件名，分峰角范围：29.9°~30.94°。

b) 进行洛仑兹极化校正；输入单色器距离。

c) 对分峰进行平滑及扣除背底。

d) 寻找峰位及计算峰值强度。

A5.3.2 输入分峰参数：

峰的数目：3；

高斯比率：0.5；

峰位、峰高、设置峰的半高宽度；

重复计算次数：5；

衰减系数：0.17；

误差范围：0.000 1；

收敛条件：0.000 1；

输入分峰后文件名。

注：经试验后得知：当 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 含量<10%时，可不进行分峰处理。

A5.4 定量测定

A5.4.1 将系统磁盘取出，换上定量分析磁盘。

A5.4.2 定量测定方法：定量分析软件中第一种方法，即质量吸收系数相同法。

A5.4.3 输入定量测定的参数。

方式：手动；

纯 WO_3 、纯 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 文件名；

待测样品文件名；

显示方式：打印；

衍射线强度:积分强度;

利用光标取衍射线两边平均背底。

A5.4.4 定量测定的结果

由计算机自动计算出纯 WO_3 、纯 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 及待测试样中 WO_3 、 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 的衍射线积分强度,根据原理中公式关系,计算机自动计算出待测试样中 WO_3 、 $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 、 $\text{W}_{20}\text{O}_{58}$ 的百分含量,并由打印机将其定量分析结果打印出来。

A5.5 停机步骤

A5.5.1 将定量分析操作程序恢复到第一程序,即工作程序,然后输入结束指令。

A5.5.2 将磁盘驱动器手柄置于断开位置,然后将定量分析磁盘取出,将系统磁盘放进去。

A5.5.3 关闭磁盘驱动器及控制驱动器电源开关。

A5.5.4 待 X 光管充分冷却后关闭工作台上电源开关。

A5.5.5 关闭热交换器及稳压器电源开关。

A5.5.6 关闭总电源开关及冷却水。
