中华人民共和国国家标准

UDC 669.27:543
.42:546.32

GB 4324.18—84

钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钾量

**Methods for chemical analysis of tungsten
The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of potassium content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中钾量的测定。测定范围：0.00050～0.080%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

钨粉、钨条用过氧化氢分解，三氧化钨和钨酸用氢氧化铵溶解，仲钨酸铵用水和加少许氢氧化铵溶解，以柠檬酸络合钨，用氯化铯作消电离剂，在选定的条件下测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氢氧化铵（比重0.90），特纯。

2.2 过氧化氢（比重1.10），超纯。

2.3 柠檬酸溶液（50%）。

2.4 氯化铯溶液（20mg/ml）。

2.5 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.6 钨基体：应与试样性质基本相同，并且不含被测元素钾或钾含量极微。

2.7 钾标准溶液

2.7.1 称取0.1907g预先经550℃煅烧过的氯化钾（99.9%以上），置于石英烧杯中，用水溶解，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg钾。

2.7.2 移取10.00ml钾标准溶液（2.7.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10μg钾。

3 仪器

3.1 原子吸收分光光度计，配备有空气－乙炔型燃烧器，钾空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计应达到下列指标。

最低灵敏度：工作曲线中所用等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸光度应不低于0.25。

工作曲线线性：等差浓度标准溶液中，最高和次高浓度标准溶液的吸光度之差，应不小于最低浓度与零浓度吸光度差值的0.9倍。

最低稳定性：工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得到的吸光度，相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数，应分别小于1.5%和0.6%。最低稳定性变异系数的计算见附录A（补充件）。

WFX－110型原子吸收分光光度计的工作条件参数见附录B（参考件）。

3.2 石英烧杯（带盖），150～200 ml。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

4 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

5.2 试样量

按表1称取试样量。

表1

钾，%	≤0.001	>0.001～0.03	>0.03～0.08
试样量，g	2.000	0.5000～1.000	0.2000

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 钨粉、钨条

5.4.1.1 将试样(5.2)置于石英烧杯中，用水润湿，滴加（或分次加入）5～12ml过氧化氢(2.2)，微热，使试样溶解完全〔如有白色混浊，加入1～2ml氢氧化铵（2.1），使溶液清亮，加入2ml柠檬酸溶液（2.3）即可〕，加入20ml水，煮沸。

5.4.1.2 冷却后，加入1ml氯化铯溶液（2.4），移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.1.3 将溶液在原子吸收分光光度计上，于波长766.5nm处，用空气-乙炔火焰，以水调零，测量钾的吸光度。

5.4.1.4 从工作曲线上查出相应的钾浓度（或以比较法计算结果）。

5.4.2 三氧化钨、钨酸

将试样（5.2）置于石英烧杯中，加入30～40ml氢氧化铵（2.1），加热，使试样完全溶解，蒸至体积为10～15ml，取下，加入2ml柠檬酸溶液（2.3）。以下按5.4.1.2～5.4.1.4项进行。

5.4.3 仲钨酸铵

将试样（5.2）置于石英烧杯中，加入约60ml水，再加入1～2ml氢氧化铵（2.1），煮沸至试样完全溶解，加入2ml柠檬酸溶液（2.3）。以下按5.4.1.2～5.4.1.4项进行。

5.5 工作曲线的绘制

按表1试样量称取钨基体（2.6）六份，分别置于石英烧杯中，按表2加入钾标准溶液（2.7.1或2.7.2）。以下根据试样种类分别按5.4.1款中5.4.1.1～5.4.1.3项或5.4.2或5.4.3款和5.4.1.2～5.4.1.3项进行。以钾浓度为横坐标，吸光度（减去补偿溶液的吸光度）为纵坐标绘制工作曲线。

表2

钾，%	>0.008～0.08	≤0.0005～0.008
钾标准溶液	2.7.1	2.7.2
钾标准溶液加入量，ml	0 0.50 1.00 1.50 2.00 2.50	0 1.00 2.00 3.00 4.00 5.00

6 分析结果的计算

按下式计算钾的百分含量：

$$K(\%)=\frac{(m_1-m_2)V}{m\times 10^6}\times 100$$

式中：m_1——从工作曲线上查得试样溶液的钾浓度，μg/ml；

m_2——从工作曲线上查得随同试样所做空白的钾浓度，μg/ml；

V——试液总体积，ml；

m——试样量，g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表3 %

钾　量	允 许 差
0.0005～0.0015	0.0004
>0.0015～0.0025	0.0006
>0.0025～0.0040	0.0010
>0.0040～0.0080	0.0015
>0.008～0.015	0.002
>0.015～0.050	0.004
>0.050～0.080	0.006

附 录 A
最低稳定性变异系数的计算
（补充件）

A.1 最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度读数的变异系数计算公式如下：

$$S_C = \frac{100}{\overline{C}} \sqrt{\frac{\Sigma\ (C - \overline{C})^2}{n - 1}} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\ (A\ 1)$$

$$S_0 = \frac{100}{\overline{C}} \sqrt{\frac{\Sigma\ (O - \overline{O})^2}{n - 1}} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\ (A\ 2)$$

式中：S_C——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数；

S_0——零浓度溶液吸光度的百分变异系数；

$\overline{C}$——最高浓度标准溶液吸光度的平均值；

C——最高浓度标准溶液吸光度；

$\overline{O}$——零浓度溶液吸光度的平均值；

O——零浓度溶液吸光度；

n——测量次数。

附 录 B
WFX-110型原子吸收分光光度计的工作条件参数
（参考件）

元素	工作条件参数						
钾	波长 nm	灯电流 mA	狭缝 mm	燃烧器高度 mm	空气流量 l/min	乙炔流量 l/min	倍率
	766.5	1.35	0.08	8.0	6.0	1.4	× 2

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人汤锡五。