



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.1—2012
代替 GB/T 4324.1—1984

钨化学分析方法 第1部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 1: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometry

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钨化学分析方法
第 1 部分:铅量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 4324.1—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2013 年 4 月第一版 2013 年 4 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47026 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 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 脉冲加热情气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热情气熔融-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：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 1 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 4324.1—1984《钨化学分析方法 方波极谱法连续测定铅、镉量》。本部分与 GB/T 4324.1—1984 相比，主要技术变化如下：

- 测定方法由“方波极谱法”改为“火焰原子吸收光谱法”；
- 适用范围中增加了碳化钨、兰钨、紫钨及偏钨酸铵；

——将“测定次数”中的“三次”改为“二次”。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：株洲硬质合金集团有限公司、西北有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司。

本部分主要起草人：易建波、张颖、孙宝莲、周恺、李伦、罗晓红、彭宇、杨建国、赵声志。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.1—1984。

钨化学分析方法

第1部分：铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条、碳化钨、三氧化钨、钨酸、蓝钨、紫钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵中铅含量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、碳化钨、三氧化钨、钨酸、蓝钨、紫钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵中铅含量的测定。测定范围为 0.000 3%~0.005 0%。

2 方法提要

钨粉、钨条、细、中颗粒碳化钨用过氧化氢分解；蓝钨用过氧化氢和氢氧化钠分解；三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氢氧化钠分解；紫钨、粗颗粒碳化钨氧化成三氧化钨后用氢氧化钠分解。在碱性溶液中以铁(Ⅲ)为共沉淀剂使铅富集，用柠檬酸络合残留的钨，于原子吸收光谱仪上测定铅量。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水均为蒸馏水。

- 3.1 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)，优级纯。
- 3.2 氢氧化钠溶液(200 g/L)，用优级纯试剂配制。
- 3.3 硫酸高铁铵溶液(50 g/L)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 柠檬酸溶液(500 g/L)，用优级纯试剂配制。
- 3.6 氢氧化钠洗涤液(1 g/L)。
- 3.7 铅标准溶液：称取 0.100 0 g 金属铅($w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.4)，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下冷却至室温，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，铅的特征质量浓度不大于 0.3 $\mu\text{g/mL}$ ；
- 精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液(不是“零浓度”标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%；
- 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分为 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

5 试样

5.1 钨条应粉碎并通过 0.075 mm 筛网。

5.2 细颗粒碳化钨平均粒度为 $1\ \mu\text{m}\sim 3\ \mu\text{m}$, 中颗粒碳化钨平均粒度大于 $3\ \mu\text{m}\sim 9\ \mu\text{m}$, 粗颗粒碳化钨平均粒度大于 $9\ \mu\text{m}$ 。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.00 g~1.50 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料的处理

6.4.1.1 钨粉、钨条、细(中)颗粒碳化钨: 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中, 分次加入 5 mL~15 mL 过氧化氢(3.1), 待剧烈反应停止后, 盖上表面皿, 低温加热至试料完全溶解, 取下。加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.2), 在电炉上加热至溶液清亮。按 6.4.2 进行。

6.4.1.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵: 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中, 加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.2), 盖上表面皿, 在电炉上加热至试料完全溶解, 取下。按 6.4.2 进行。

6.4.1.3 蓝钨: 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中, 加入 20 mL 过氧化氢(3.1), 在低温电热板上加热溶解并蒸至近干, 取下。加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.2), 低温加热至溶液清亮。按 6.4.2 进行。

6.4.1.4 紫钨、粗颗粒碳化钨: 将试料(6.1)置于 150 mL 石英烧杯中, 在 750 °C 的高温炉中灼烧成三氧化钨。加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.2), 盖上表面皿, 在电炉上加热至试料完全溶解, 取下。将试液转入 300 mL 烧杯中。

6.4.2 沉淀分离及铅的富集

6.4.2.1 用水吹洗表面皿及杯壁, 并稀释至 150 mL 体积, 在不断搅拌下加入 3 mL 硫酸高铁铵溶液(3.3), 在电炉上加热煮沸 1 min~2 min, 取下。将试液在水浴上保温 1 h。

6.4.2.2 用快速滤纸过滤, 以氢氧化钠洗涤液(3.6)洗涤烧杯 3 次, 沉淀 6 次。

6.4.2.3 将沉淀以 20 mL 热的硝酸(3.4)分 4 次溶解于预先加有 1 mL 柠檬酸溶液(3.5)的 50 mL 烧杯中, 滤纸用少量水洗涤。以 5 mL 热的硝酸(3.4)洗涤原烧杯, 合并溶液于 50 mL 烧杯中。将 50 mL 烧杯置于低温电炉上加热浓缩体积至 3 mL。

6.4.2.4 将烧杯内溶液转入 10 mL 比色管中, 用水稀释至刻度, 混匀。

6.4.3 测量

在原子吸收光谱仪上,于 217.0 nm 波长,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测定试液及随同试料空白的吸光度。从工作曲线上计算得到经空白校正的铅的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铅标准溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.4),用水稀至刻度,混匀。

6.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 217.0 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度。减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度。以铅的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铅含量以铅的质量分数 w_{Pb} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{Pb} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线计算得到试液中经空白校正的铅的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 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 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

铅的质量分数/%	0.000 45	0.002 0	0.004 0
重复性限/%	0.000 12	0.000 3	0.000 5

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 2 所列允许差。

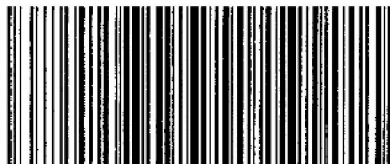
表 2

铅的质量分数/%	允许差/%
0.000 3~0.001 5	0.000 2
>0.001 5~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.005 0	0.000 6

9 试验报告

试验报告包括以下内容：

- 试样；
- 使用的标准(包括发布或出版年号)；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。



GB/T 4324.1-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47026

定价: 14.00 元