



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.13—2008
代替 GB/T 4324.13~4324.14—1984

钨化学分析方法 钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Determination of calcium content—
The inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

www.tungsten.com.cn

2008-06-09 发布

2008-12-01 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



前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 27 个部分:

- | | | | |
|--------------|---------|-------------|------------------------------------|
| GB/T 4324.1 | 钨化学分析方法 | 铅、镉量的测定 | 方波极谱法; |
| GB/T 4324.2 | 钨化学分析方法 | 铋量的测定 | 碘化钾-马钱子碱分光光度法; |
| GB/T 4324.3 | 钨化学分析方法 | 锡量的测定 | 聚乙二醇辛基苯基醚-苯荧光酮分光光度法; |
| GB/T 4324.4 | 钨化学分析方法 | 铈量的测定 | 孔雀绿分光光度法; |
| GB/T 4324.5 | 钨化学分析方法 | 砷量的测定 | 钼蓝分光光度法; |
| GB/T 4324.6 | 钨化学分析方法 | 铁量的测定 | 邻二氮杂菲分光光度法; |
| GB/T 4324.7 | 钨化学分析方法 | 钴量的测定 | 钴试剂分光光度法; |
| GB/T 4324.8 | 钨化学分析方法 | 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; |
| GB/T 4324.10 | 钨化学分析方法 | 铜量的测定 | 新铜试剂分光光度法; |
| GB/T 4324.11 | 钨化学分析方法 | 铝量的测定 | 铬天青 S 分光光度法; |
| GB/T 4324.12 | 钨化学分析方法 | 硅量的测定 | 氟化-硅钼蓝分光光度法; |
| GB/T 4324.13 | 钨化学分析方法 | 钙量的测定 | 电感耦合等离子体原子发射光谱法; |
| GB/T 4324.15 | 钨化学分析方法 | 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; |
| GB/T 4324.17 | 钨化学分析方法 | 钠量的测定 | 原子吸收光谱法; |
| GB/T 4324.18 | 钨化学分析方法 | 钾量的测定 | 原子吸收光谱法; |
| GB/T 4324.19 | 钨化学分析方法 | 钛量的测定 | 二安替比林甲烷分光光度法; |
| GB/T 4324.20 | 钨化学分析方法 | 钒量的测定 | 钼试剂分光光度法; |
| GB/T 4324.21 | 钨化学分析方法 | 铬量的测定 | 二苯基碳酰二肼分光光度法; |
| GB/T 4324.22 | 钨化学分析方法 | 锰量的测定 | 甲醛肟分光光度法; |
| GB/T 4324.23 | 钨化学分析方法 | 硫量的测定 | 燃烧-电导法; |
| GB/T 4324.24 | 钨化学分析方法 | 磷量的测定 | 铍为载带沉淀剂-钼蓝分光光度法; |
| GB/T 4324.25 | 钨化学分析方法 | 氧量的测定 | 惰气熔融库仑滴定法; |
| GB/T 4324.26 | 钨化学分析方法 | 氮量的测定 | 奈式试剂分光光度法; |
| GB/T 4324.27 | 钨化学分析方法 | 碳量的测定 | 燃烧-库仑滴定法; |
| GB/T 4324.28 | 钨化学分析方法 | 钼量的测定 | 硫氰酸盐分光光度法; |
| GB/T 4324.29 | 钨化学分析方法 | 氯化挥发后残渣量的测定 | 重量法; |
| GB/T 4324.30 | 钨化学分析方法 | 灼烧损失量的测定 | 重量法。 |

本部分为 GB/T 4324 的第 13 部分。

本部分代替 GB/T 4324.13—1984《钨化学分析方法 乙二醛双(2-羟基苯胺)光度法测定钙量》和 GB/T 4324.14—1984《钨化学分析方法 原子吸收光度法测定钙量》。

本部分与 GB/T 4324.13—1984 和 GB/T 4324.14—1984 相比主要变化如下:

- 测定方法改为电感耦合等离子体原子发射光谱法,取消了乙二醛双(2-羟基苯胺)分光光度法和原子吸收分光光度法;
- 增加了前言、精密度及质量保证和控制内容。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

GB/T 4324.13—2008

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由株洲硬质合金集团有限公司负责起草。

本部分由中南大学粉末冶金研究院参加起草。

本部分主要起草人：熊静、郭鹏、张江峰。

本部分主要验证人：奉冬文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.13—1984、GB/T 4324.14—1984。

www.tungsten.com.cn



钨化学分析方法

钙量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中钙含量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中钙含量的测定。测定范围:0.000 3%~0.050%。

2 方法提要

钨粉、钨条、细(中)颗粒碳化钨用过氧化氢分解;蓝钨用过氧化氢及氨水分解;三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氨水分解;紫钨、粗颗粒碳化钨氧化成三氧化钨后用氨水分解。用过氧化氢、柠檬酸络合钨,于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定钙量。

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二次蒸馏水。

3.1 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.2 氨水(1+1),用MOS级氨水配制。

3.3 柠檬酸溶液(500 g/L)。

3.4 钙标准贮存溶液:称取0.139 9 g预先经900℃灼烧1 h的氧化钙(氧化钙的质量分数不小于99.99%),置于250 mL烧杯中,加入20 mL盐酸(1+1),盖上表面皿,加热至完全溶解,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 μ g钙。

3.5 钙标准溶液:移取10.00 mL钙标准贮存溶液(3.4)于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 μ g钙。

3.6 钨基体:钙的质量分数小于0.000 1%。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5 试样

5.1 钨条应粉碎并通过125 μ m筛网。

5.2 细颗粒碳化钨平均粒度为1 μ m~3 μ m,中颗粒碳化钨平均粒度大于3 μ m~9 μ m,粗颗粒碳化钨平均粒度大于9 μ m。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.5 g~1 g试样(5),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。

GB/T 4324.13—2008

6.3 空白试验

称取与试料等量的钨基体(3.6),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料按

6.4.1.1 钨粉、钨条、细(中)颗粒碳化钨:将试料(6.1)置于200 mL石英烧杯中,用水润湿,分次加入10 mL过氧化氢(3.1),待激烈反应停止后,盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解,取下。

6.4.1.2 三氧化钨、钨酸:将试料(6.1)置于200 mL石英烧杯中,加入40 mL氨水(3.2),盖上表面皿,低温加热至试料溶解,并蒸至出现白色结晶,加入5 mL过氧化氢(3.1),加热至试液清亮。

6.4.1.3 仲钨酸铵、偏钨酸铵:将试料(6.1)置于200 mL石英烧杯中,加入约30 mL水,5 mL氨水(3.2),低温加热煮沸至完全溶解,并蒸至出现白色结晶,加入5 mL过氧化氢(3.1),加热至试液清亮。

6.4.1.4 蓝钨:将试料(6.1)置于100 mL石英锥形瓶中,加入20 mL过氧化氢(3.1),加热蒸至近干。以下按6.4.1.2进行。

6.4.1.5 紫钨、粗颗粒碳化钨:将试料(6.1)置于100 mL石英锥形瓶中,在750℃高温炉中灼烧至完全氧化为三氧化钨。以下按6.4.1.2进行。

6.4.2 加入2 mL柠檬酸溶液(3.3),加热煮沸至无小气泡,冷却。

6.4.3 将试液移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,于Ca393.366 nm波长处,测定试液及随同试料空白的发射强度。从相应的工作曲线计算经空白校正的钙的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 称取六份与试料等量的基体(3.6)置于200 mL石英烧杯中,按6.4.1~6.4.2进行,将试液移入100 mL容量瓶中,分别加入0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL钙标准溶液(3.4或3.5),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 将标准系列溶液在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,于393.366 nm波长处,测定钙的发射强度。以钙的质量浓度为横坐标,发射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算钙的质量分数,数值以%表示:

$$w(\text{Ca}) = \frac{\rho \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

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

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)按以下数据采用线性内插法求得:

钙的质量分数(%):	0.000 47	0.003 96	0.038 8
重复性限 r (%):	0.000 17	0.000 42	0.004 4

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表1所列允许差。



表 1

钙的质量分数/%	允许差/%
0.000 3~0.000 9	0.000 25
>0.000 9~0.002 0	0.000 5
>0.002 0~0.004 0	0.000 8
>0.004 0~0.010	0.001 0
>0.010~0.020	0.003
>0.020~0.030	0.005
>0.030~0.050	0.006

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当两者都没有时,也可用控制样品代替),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。

