



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.11—2012
代替 GB/T 4324.11—1984

GB/T 4324.11—2012

钨化学分析方法 第 11 部分：铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 11: Determination of aluminum content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钨化学分析方法
第 11 部分：铝量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 4324.11—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 9 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47175 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



GB/T 4324.11—2012

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

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,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。

表 1

铝的质量分数/%	试样量/g
0.000 5~0.001 5	1.00
>0.001 5~0.010	0.50
>0.010~0.050	0.20

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 按表 1 称取试料(6.1)置于 100 mL 石英烧杯中,加入 3 mL 过氧化氢(3.1)和 3 mL 氨水(3.3),低温加热 3 min~5 min 后移入微波消解罐中,于 200 °C 消解 10 min,取出,移入原石英烧杯中,控制体积在 20 mL~30 mL,在电炉上溶解至清亮并冒大气泡。

6.4.2 取下试液(6.4.1),在不停搅拌下缓慢加入 15 mL 盐酸(3.2),钨酸沉淀后再低温加热至沸腾 3 min~5 min,取下冷却至室温,移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干滤,待测。

6.4.3 在电感耦合等离子体发射光谱仪上于 Al 257.510 nm 或 Al 396.152 nm 处测定试液(6.4.2)及随行空白的发射强度,从相应的工作曲线计算经空白校正的铝的质量浓度。

6.5 标准工作曲线

6.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 铝标准贮存溶液(3.6)于 5 个不同的 100 mL 塑料容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 将标准系列溶液(6.5.1)于电感耦合等离子体发射光谱仪上于 Al 257.510 nm 或 Al 396.152 nm 处测定发射强度,以铝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

铝含量以铝的质量分数 w_{Al} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{Al} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得试液中铝的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得空白溶液中铝的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 个部分:

- 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 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法;
- 第 26 部分:氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-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 11 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 4324.11—1984《钨化学分析法 铝试剂光度法测铝量》。本部分与 GB/T 4324.11—1984 相比,主要变化如下:

- 测量方法由原来的铝试剂光度法改为电感耦合等离子体发射光谱法;
- 检测范围由“0.000 7%~0.012%”改为“0.000 5%~0.050%”;
- 修改了溶样方法;
- 增加了重复性条款。

本标准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:赣州有色冶金研究所、广州有色金属研究院、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分主要起草人:黎英、刘鸿、熊晓燕、叶春生、钟道国、王津、庄艾春、陈秋莲、张颖。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.11—1984。

钨化学分析方法

第 11 部分:铝量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝色氧化钨、紫色氧化钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中铝量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝色氧化钨、紫色氧化钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中铝量的测定。测定范围为 0.000 5%~0.050%。

2 方法提要

试样经微波消解仪分解,酸化后以盐酸沉淀主体钨,过滤后直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.3 氨水, MOS 级。

3.4 盐酸(1+19)。

3.5 盐酸洗液(1+49)。

3.6 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铝 [$w_{Al}\geq 99.99\%$],置于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(3.2),加热溶解完全后,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铝。

3.7 铝标准溶液:移取 10.00 mL 铝标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.4)稀释至刻度,此溶液 1 mL 含 10 μ g 铝。

3.8 氩气:体积分数大于 99.99%。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪:分辨率小于 0.006 nm(200 nm 处)。

4.2 微波消解仪。

5 试样

钨条应粉碎并通过 0.125 mm 筛网。