

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 试样；
- 使用的标准；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察的异常现象；
- 测定日期。

GB/T 4324.22—2012

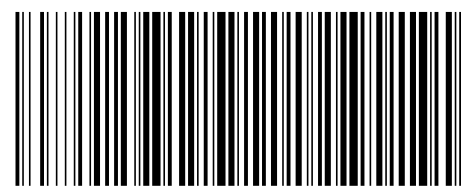


中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.22—2012
代替 GB/T 4324.22—1984

钨化学分析方法 第 22 部分：锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 22: Determination of manganese content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry



GB/T 4324.22—2012

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 1-47184

定价： 14.00 元

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

6.5.2 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 Mn259.373 nm 处测定发射强度,以锰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

锰含量以锰的质量分数 W_{Mn} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$W_{Mn} = \frac{(\rho - \rho_0)V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:

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

V ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样量,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 2 数据采用线性内插法求得,超过表 2 中含量的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

表 2

锰的质量分数/%	0.000 51	0.002 0	0.020
重复性限/%	0.000 09	0.000 3	0.004

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 3 所列允许差。

表 3

锰的质量分数/%	允许差/%
>0.000 1~0.000 3	0.000 10
>0.000 3~0.000 5	0.000 15
>0.000 5~0.000 8	0.000 2
>0.000 8~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.008 0	0.000 8
>0.008 0~0.020	0.002 0
>0.020~0.050	0.005

中华人民共和国
国家标准
钨化学分析方法
第 22 部分:锰量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 4324.22—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 10 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号:155066·1-47184 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

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

锰量/%	试样量/g
0.000 1~0.001 0	1.00
>0.001 0~0.010	0.50
>0.010~0.050	0.20

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 试样分解

6.4.1.1 钨粉、钨条:按表 1 称取试料置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,分次加入 10 mL~20 mL 过氧化氢(3.1),待剧烈反应停止后,置于电炉上加热至样品完全溶解,低温蒸至近干。沿杯壁冲洗少量水,加入 10 mL 氨水(3.3),低温溶解至清亮并冒大气泡。

6.4.1.2 三氧化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵:按表 1 称取试料置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 过氧化氢(3.1)、30 mL 氨水(3.3),在电炉上溶解至清亮并冒大气泡。

6.4.1.3 蓝钨、细、中颗粒碳化钨:按表 1 称取试料置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL~30 mL 过氧化氢(3.1),加热蒸至近干,沿杯壁冲洗少量水,加入 30 mL 氨水(3.3),在电炉上溶解至清亮并冒大气泡。

6.4.1.4 紫钨、粗颗粒碳化钨:按表 1 称取试料置于 100 mL 石英锥形瓶中,于 750 °C 高温炉中氧化完全,以下按(6.4.1.2)进行。

6.4.2 分析试液的制备

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 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干滤,待测。

6.4.3 分析试液的测定

在电感耦合等离子体发射光谱仪上于 Mn259.373 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锰的质量浓度。

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 标准贮存溶液(3.7)于 5 个不同的 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

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 22 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 4324.22—1984《钨化学分析法 甲醛脲分光光度法测锰量》。本部分与 GB/T 4324.22—1984 相比,主要变化如下:

- 测量方法由“甲醛脲分光光度法”改为“电感耦合等离子体原子发射光谱法”;
- 扩大了检测范围,检测范围由 0.000 5%~0.020% 改为 0.000 1%~0.050%;
- 对钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵分别修改了溶样方法,增加了蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵的溶样方法;