



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.24—2013
代替 GB/T 4325.28—1984

GB/T 4325.24—2013

钼化学分析方法 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Method for chemical analysis of molybdenum—
Part 24: Determination of tungsten content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
第 24 部分：钨量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 4325.24—2013

*
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 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47287 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 4325.24—2013

2013-05-09 发布

2014-02-01 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

表 1

钨的质量分数/%	试料量/g
0.005~0.10	1.00
>0.10~1.50	0.10

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

称取与试料对等的钨基体(3.4),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 6 mL 硝酸(3.1)和 2 mL 氢氟酸(3.2),钨酸铵和纯三氧化钨试料可以补加 2 mL~5 mL 过氧化氢(3.3),溶解后煮沸 2 min,冷却;当三氧化钨用此法不易溶解至澄清时,可采用微波消解法。将试料置于聚四氟微波消解罐中,加入 6 mL 硝酸(3.1)和 2 mL 氢氟酸(3.2),微波消解溶解样品。

6.4.2 将溶液移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 在电感耦合等离子体发射光谱仪波长 209.475 nm 处测定试液及随同空白的发射强度,从工作曲线查得相应的钨的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 称取 6 份与试料中钨基体对等的钨酸铵(3.4),分别置于 6 个 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 6 mL 硝酸(3.1)和 2 mL 氢氟酸(3.2),溶解后冷却,将溶液分别移入 6 个 100 mL 塑料容量瓶中。移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 钨标准溶液(3.6)于以上容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 将标准系列溶液于电感耦合等离子体发射光谱仪波长 209.475 nm 处测定发射强度。以钨的质量浓度为横坐标,发射强度比为纵坐标绘制工作曲线。确保线性相关系数优于 0.999。

7 分析结果的计算

钨含量以钨的质量分数 w_w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_w = \frac{(\rho_w - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_w —— 试料溶液中钨元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 —— 空白溶液中钨元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V —— 试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

m —— 试料的质量,单位为克(g)。

前 言

GB/T 4325《钨化学分析方法》分为 26 部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:铋量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 4 部分:锡量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 5 部分:锑量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 6 部分:砷量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 7 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 8 部分:钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:镍量的测定 丁二酮肟分光光度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 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 12 部分:硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 13 部分:钙量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 15 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:钾量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 17 部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 18 部分:钒量的测定 钒试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 19 部分:铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法;
- 第 20 部分:锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 21 部分:碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法;
- 第 22 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 23 部分:氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法;
- 第 24 部分:钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 25 部分:氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法;
- 第 26 部分:铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 24 部分。

本部分按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.28—1984《钨化学分析方法 四苯砷氯酸盐-硫氰酸盐光度法测定钨量》。本部分与 GB/T 4325.28—1984 相比,主要技术变化如下:

- 测定范围做了调整;
- 将“四苯砷氯酸盐-硫氰酸盐光度法”改为“电感耦合等离子体原子发射光谱法”;
- 补充了试验报告要求。

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:北京有色金属研究总院、西部金属材料股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司。

本部分主要起草人:李继东、王长华、墨淑敏、刘英、潘元海、韩维儒、李伦、谢明明、李巧红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4325.28—1984。