

GB/T 4324.1—2012

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

ICS 77.120.99
H 63



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



GB/T 4324.1—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47026

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

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

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:

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

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

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。

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 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；