

表 3

铬质量分数/%	允许差/%
0.000 20~0.000 5	0.000 15
>0.000 5~0.001 5	0.000 3
>0.001 5~0.004 0	0.000 5
>0.004 0~0.008 0	0.000 9
>0.008 0~0.015	0.002
>0.015~0.020	0.003

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 4324.21—2012



中华人民共和国国家标准

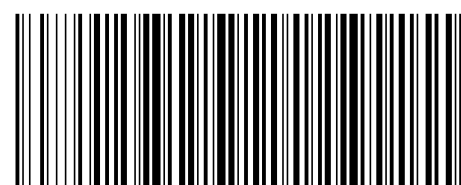
GB/T 4324.21—2012
代替 GB/T 4324.21—1984

钨化学分析方法

第 21 部分：铬量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 21: Determination of chromium content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry



GB/T 4324.21—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47183

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

沉淀呈亮黄色,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,干过滤,滤液待测。(试料质量 2.5 g 时,用中速定量滤纸过滤于 300 mL 烧杯中,用热盐酸(3.4)洗涤烧杯和沉淀各 4~5 次,低温蒸至 20 mL~30 mL,取下冷却。将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。)

6.4.3 标准系列溶液的制备

分别移取 0 mL,0.50 mL,1.00 mL,5.00 mL,10.00 mL,20.00 mL 铬标准溶液(3.8)于 6 个 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 测量

仪器优化后,按推荐的分析线,由低到高测量绘制工作曲线的标准系列溶液中铬的发射光强度。分别以铬的质量浓度为横坐标,分析线发射光强度为纵坐标,计算机自动绘制工作曲线。

测量试料溶液和随同试料空白溶液中铬的发射光强度,计算机自动由工作曲线计算出铬的质量浓度。

7 分析结果的计算

铬含量以铬的质量分数 w_{Cr} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

ρ —— 试液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

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

V —— 试液总体积,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 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

铬质量分数/%	0.000 25	0.005 1	0.010 0
重复性限/%	0.000 12	0.000 8	0.000 8

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

中华人民共和国
国家标准
钨化学分析方法
第 21 部分:铬量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 4324.21—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 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*
书号:155066·1-47183 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

4.4 铬的最大质量浓度溶液连续测量 5 次,其发射光绝对强度的相对标准偏差应小于 1%。

4.5 工作曲线的线性,其相关系数应大于 0.999。

5 试样

5.1 钨条试样需粉碎,并过 0.125 mm 筛。

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

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铬质量分数/%	试料质量/g	定容体积/mL
0.000 2~0.002	2.50	50
>0.002~0.02	0.50	100

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 试料分解

6.4.1.1 钨粉、钨条:将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,用水润湿,分次加入 10 mL~30 mL 过氧化氢(3.1),待剧烈反应后,加热至试料完全溶解,于低温蒸至近干。沿杯壁冲洗少量水,加入 10 mL 氨水溶液(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:将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 5 mL 过氧化氢(3.1)、低温加热至试料完全溶解。取下溶液,加入 30 mL 氨水(3.3),加热溶解至清亮并冒大泡。

6.4.1.3 蓝钨、细、中颗粒碳化钨:将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 15 mL 过氧化氢(3.1),加热并蒸至近干,再加入 10 mL 过氧化氢,加热并蒸至近干,沿杯壁冲洗少量水,加入 30 mL 氨水溶液(3.3),溶解清亮并冒大泡。

6.4.1.4 紫钨、粗颗粒碳化钨:将一定量试样置于 100 mL 石英锥形瓶中,于 750 °C 高温炉中氧化完全,于干燥器中冷却。按表 1 称取试样,(精确至 0.000 1 g),以下按(6.4.1.2)进行。

6.4.2 分析试液的制备

取下试液,不停地搅拌下缓慢加入 15 mL 盐酸(3.2),钨酸沉淀后低温加热至沸腾,保温 30 min,至

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 21 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 4324.21—1984《钨化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量》。本部分与 GB/T 4324.21—1984 相比,主要有如下变动:

- 用电感耦合等离子体发射光谱法测定铬量;
- 增加了碳化钨、蓝钨、偏钨酸铵样品的分析,并补充了样品的溶样方法;
- 测定范围为 0.000 2%~0.02%。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。