

GB/T 4324.7—2012

## 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 4324.7—2012

ICS 77.120.99  
H 63



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.7—2012  
代替 GB/T 4324.7—1984

## 钨化学分析方法 第7部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—  
Part 7: Determination of cobalt content—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry



GB/T 4324.7—2012

版权专有 侵权必究

\*

书号：155066·1-47172

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7部分:钴量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
GB/T 4324.7—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:155066·1-47172 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

6.5 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。

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 Co238.892 nm 处(必要时扣除背景)测定发射强度,以钴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

钴含量以钴的质量分数  $w_{Co}$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

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

$\rho_0$  ——从工作曲线上查得空白溶液中钴的浓度,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

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

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

钴的质量分数/%	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 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.010	0.002 0
>0.010~0.050	0.005 0

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  $0.000\ 1\ \text{g}$ 。

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

表 1

钴量/%	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

### 6.3 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  $100\ \text{mL}$  烧杯中, 用水润湿, 分次加入  $10\ \text{mL}\sim 20\ \text{mL}$  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  $10\ \text{mL}$  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  $100\ \text{mL}$  烧杯中, 加入  $5\ \text{mL}$  过氧化氢(3.1)、 $30\ \text{mL}$  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  $100\ \text{mL}$  烧杯中, 加  $10\ \text{mL}\sim 30\ \text{mL}$  过氧化氢(3.1), 加热蒸至近干, 沿杯壁冲洗少量水, 加入  $30\ \text{mL}$  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  $100\ \text{mL}$  石英锥形瓶中, 于  $750\ ^\circ\text{C}$  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  $15\ \text{mL}$  盐酸(3.2), 钨酸沉淀后再低温加热至沸腾  $3\ \text{min}\sim 5\ \text{min}$ , 取下冷却至室温, 移入  $100\ \text{mL}$  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  $\text{Co}238.892\ \text{nm}$  处(必要时扣除背景)测定试液(6.4.2)及随同空白的发射强度, 从相应的工作曲线计算经空白校正的钴的质量浓度。

## 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 7 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 4324.7—1984《钨化学分析方法 钴试剂光度法测定钴量》。本部分与 GB/T 4324.7—1984 相比主要变化如下:

- 测量方法由“钴试剂光度法”改为“电感耦合等离子体发射光谱法”;
- 检测范围由“ $0.000\ 7\%\sim 0.012\%$ ”改为“ $0.000\ 1\%\sim 0.050\%$ ”;
- 增加了重复性条款;