



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.25—2012  
代替 GB/T 4324.25—1984

GB/T 4324.25—2012

## 钨化学分析方法 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外吸收法

Methods for chemical analysis of tungsten—  
Part 25: Determination of oxygen content—  
Pulse heating inert gas fusion -infrared absorption method

中华人民共和国  
国家标准  
钨化学分析方法  
第 25 部分：氧量的测定  
脉冲加热情气熔融-红外吸收法  
GB/T 4324.25—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](http://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 9 千字  
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

\*  
书号: 155066 · 1-47187 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 4324.25—2012

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 分析步骤

### 6.1 仪器预热

仪器分析前要充分预热,使仪器的各项指标达到设定值。

### 6.2 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助装置确定仪器无漏气现象。

### 6.3 校正曲线的建立

根据钨及其制品中氧含量选择合适的标准物质(3.8)与测定试样相同的条件重复测定2~3次,使测定值之间的极差在允许差内,建立各相应的校正曲线。

### 6.4 校正曲线的验证

选择与建立校准曲线不同的氧标准物质(3.8)与测定试样相同的分析条件进行验证分析,所得结果应在标准物质的允许差内。

### 6.5 空白试验

随同试样进行空白试验,其测定值应稳定且不大于0.0002%。

### 6.6 试样分析

#### 6.6.1 试样量

6.6.1.1 粉状试样称取0.05g~0.12g,精确至0.0001g。

6.6.1.2 条状试样称取0.5g~1.0g,精确至0.0001g。

#### 6.6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

#### 6.6.3 测定

选择优化的测定条件,将称好的试样(6.6.1)用镍箔或镍囊(3.3)包裹或直接置入仪器加样器中,由仪器自动分析并显示氧的测定结果。

## 7 精密度

### 7.1 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( $r$ )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。

## 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25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 4324.25—1984《钨化学分析方法 惰气熔融库仑滴定法测定氧量》。本部分与GB/T 4324.25—1984相比,主要技术变化如下:

- 测定方法由惰气熔融-库仑滴定法改为惰气熔融-红外吸收法;
- 扩大了测定范围:测定范围由“0.0005%~0.80%”改为“0.0005%~1.00%”。

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:株洲硬质合金集团有限公司、西北有色金属研究院、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：蒋亚芳、张颖、石新层、王宽、庄艾春、朱洁、彭宇、赵声志、肖红新、唐维学。  
本部分所代替标准的历次版本发布情况为：  
——GB/T 4324.25—1984。

## 钨化学分析方法 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外吸收法

### 1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨及其制品中氧量的测定方法。  
本部分适用于钨及其制品中氧量的测定。测定范围为 0.000 5%~1.00%。

### 2 方法提要

试样置于经高温脱气的石墨坩埚中，在净化的氩/氦气流中加热熔融，试样中释放的氧与石墨坩埚中的碳结合形成一氧化碳（或经加热的稀土氧化铜将一氧化碳转化成二氧化碳），由载气载入红外检测池中进行氧的测定。

### 3 材料与试剂

- 3.1 氩气：纯度大于 99.95%。
- 3.2 氦气：纯度大于 99.995%。
- 3.3 高纯镍箔或镍囊：含氧量小于 0.001 0%。
- 3.4 稀土氧化铜：疏松颗粒(0.75~0.5)mm。
- 3.5 碱石棉或高效二氧化碳吸收剂(0.75~0.5)mm。
- 3.6 无水高氯酸镁或高效吸水剂(1.5~0.75)mm。
- 3.7 高纯石墨坩埚。
- 3.8 标准物质：金属中氧的有证标准物质。

### 4 仪器

脉冲加热—红外定氧仪：仪器灵敏度不低于 0.01  $\mu\text{g/g}$ 。

### 5 试样

- 5.1 粉末试样用预先处理并称量的镍箔或镍囊(3.3)紧密包裹，再称量试样和镍箔或镍囊的总量，差减得试样的质量。试样应当天分析。
- 5.2 块状试样去掉表皮，在干净的硬质合金研钵中锤碎成直径约 2 mm~5 mm、质量为 0.5 g~1.0 g 左右的颗粒，称量。试样经处理后应当天分析。
- 5.3 试样应置于干燥器内保存。