



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

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：钽量的测定
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.gb168.cn

服务热线: 010-68522006

2013 年 5 月第一版

*

书号: 155066 · 1-47172

版权专有 侵权必究

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：铈量的测定 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“电感耦合等离子发射光谱法”；
- 检测范围由“0.000 7%~0.012%”改为“0.000 1%~0.050%”；
- 增加了重复性条款；

GB/T 4324.7—2012

——修改了钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵的溶样方法，增加了蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵的溶样方法。

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：赣州有色冶金研究所、广州有色金属研究院、厦门金鹭特种合金有限公司。

本部分主要起草人：刘鸿、黎英、熊晓燕、叶春生、钟道国、庄艾春、唐维学、张淑彬、张莹莹。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——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

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中钴量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中钴量的测定。测定范围为 0.000 1%~0.050%。

2 方法提要

钨粉、钨条、蓝钨、细碳化钨、三氧化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵用过氧化氢及氨水分解；紫钨、粗颗粒碳化钨灼烧成三氧化钨后用过氧化氢及氨水分解。以盐酸沉淀主体钨，过滤后直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。
- 3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 3.3 氨水(1+1)。
- 3.4 盐酸(1+19)。
- 3.5 盐酸洗液(1+49)。
- 3.6 钴标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属钴[$w(\text{Co})\geq 99.99\%$]，置于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸(3.2)，加热溶解完全后，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钴。
- 3.7 钴标准溶液：移取 10.00 mL 钴标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，用盐酸(3.4)稀释至刻度，此溶液 1 mL 含 10 μg 钴。
- 3.8 氩气：体积分数大于 99.99%。

4 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪：分辨率小于 0.006 nm(200 nm 处)。

5 试样

- 5.1 钨条应粉碎并通过 0.125 mm 筛网。