



中华人民共和国国家标准

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

钨化学分析方法 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热情惰气熔融-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

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

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：钨量的测定 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“0.000 5%~0.80%”改为“0.000 5%~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。

GB/T 4324.25—2012

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。