



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.24—2013
代替 GB/T 4325.28—1984

钼化学分析方法 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Method for chemical analysis of molybdenum—
Part 24: Determination of tungsten content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2013-05-09 发布

2014-02-01 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 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度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 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 24 部分。

本部分按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.28—1984《钼化学分析方法 四苯砷氯盐酸盐-硫氰酸盐光度法测定钨量》。本部分与 GB/T 4325.28—1984 相比，主要技术变化如下：

- 测定范围做了调整；
- 将“四苯砷氯盐酸盐-硫氰酸盐光度法”改为“电感耦合等离子体原子发射光谱法”；
- 补充了试验报告要求。

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：北京有色金属研究总院、西部金属材料股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司。

本部分主要起草人：李继东、王长华、墨淑敏、刘英、潘元海、韩维儒、李佗、谢明明、李巧红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4325.28—1984。

钨化学分析方法

第 24 部分:钨量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钨中钨量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸铵中钨量的测定。测定范围:0.005 0%~1.50%。

2 方法提要

试料以硝酸、氢氟酸和过氧化氢溶解,以电感耦合等离子体发射光谱法直接测定钨含量。

3 试剂

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

3.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2 氢氟酸($\rho=1.17$ g/mL)。

3.3 过氧化氢($\rho=1.17$ g/mL)。

3.4 钨酸铵,质量分数 $\geq 99.99\%$,所含钨的质量分数 $< 0.000 5\%$ 。

3.5 钨标准贮存溶液:准确称取 1.260 g 三氧化钨(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)使其溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钨。

3.6 钨标准溶液:移取 10.00 mL 钨标准贮存溶液(3.5),置于 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 硝酸(3.1),加入 2 mL 氢氟酸(3.2),用水定容、混匀,立即移入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钨。

3.7 氩气,体积分数不小于 99.99%。

4 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪,采用硝酸和氢氟酸溶解样品时需使用耐氢氟酸进样系统。在仪器最佳条件下,用 1.0 μ g/mL 钨标准溶液连续测量 11 次,其光强度的相对标准偏差不超过 2.5%。

5 试样

钨条应粉碎并通过 0.75 mm 标准筛网。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。