



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.2—2023

代替 GB/T 4324.2—2012, GB/T 4324.5—2012

钨化学分析方法 第 2 部分：铋和砷含量的测定

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 2: Determination of bismuth and arsenic contents

2023-11-27 发布

2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 4324《钨化学分析方法》的第 2 部分。GB/T 4324 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铋和砷含量的测定；
- 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 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；
- 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；
- 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；
- 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。

本文件代替 GB/T 4324.2—2012《钨化学分析方法 第 2 部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法》及 GB/T 4324.5—2012《钨化学分析方法 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法》，与 GB/T 4324.2—2012 和 GB/T 4324.5—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 将铋和砷含量测定范围的下限分别由 0.000 03% 和 0.000 05% 更改为 0.000 01% (见第 1 章, GB/T 4324.2—2012 的第 1 章、GB/T 4324.5—2012 的第 1 章)；
- b) 更改了检测方法, 将氢化物原子吸收光谱法更改为原子荧光光谱法 (见第 4 章, GB/T 4324.2—2012 的第 2 章、GB/T 4324.5—2012 的第 2 章)；
- c) 更改了“试剂或材料” (见第 5 章, GB/T 4324.2—2012 的第 3 章、GB/T 4324.5—2012 的第 3 章)；

- d) 更改了“仪器设备”(见第 6 章,GB/T 4324.2—2012 的第 4 章、GB/T 4324.5—2012 的第 4 章);
- e) 增加了钨粉、钨酸、三氧化钨、蓝钨、紫钨、偏钨酸铵和仲钨酸铵的样品要求(见 7.1、7.3 和 7.5);
- f) 更改了“试验步骤”(见第 8 章,GB/T 4324.2—2012 的第 6 章、GB/T 4324.5—2012 的第 6 章);
- g) 更改了铋和砷含量测定的精密度,将允许差更改为再现性(见第 10 章,GB/T 4324.2—2012 的第 8 章、GB/T 4324.5—2012 的第 8 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位:湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司、赣州有色冶金研究所有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、广东省科学院工业分析检测中心、北矿检测技术股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、湖北绿钨资源循环有限公司。

本文件主要起草人:侯贵琼、欧阳子菁、张元霞、唐险英、谢璐、谢磊、吕平、赖旺、谢丽芳、钟莹、张可、李展鹏、唐清、陈殿耿、陈祝炳、冯浩。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.2,1984 年首次发布,2012 年第一次修订;

——GB/T 4324.5,1984 年首次发布,2012 年第一次修订。

引 言

钨及钨合金由于具有高熔点、高比重、高硬度的特点,广泛应用于机械加工、冶金、采矿、电子电讯、建筑工业、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 4324 旨在通过实验研究建立一套完整、切实可行且适应于钨产品生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准,由 27 个部分构成。

- 第 1 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立铅含量的测定方法。
- 第 2 部分:铋和砷含量的测定。目的在于确立铋和砷含量的测定方法。
- 第 3 部分:锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法。目的在于确立锡含量的测定方法。
- 第 4 部分:锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法。目的在于确立锑含量的测定方法。
- 第 6 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法。目的在于确立铁含量的测定方法。
- 第 7 部分:钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钴含量的测定方法。
- 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。目的在于确立镍含量的测定方法。
- 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。目的在于确立镉含量的测定方法。
- 第 10 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立铜含量的测定方法。
- 第 11 部分:铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铝含量的测定方法。
- 第 12 部分:硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法。目的在于确立硅含量的测定方法。
- 钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钙含量的测定方法。
- 第 14 部分:氯化挥发后残渣量的测定 重量法。目的在于确立氯化挥发后残渣量的测定方法。
- 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。目的在于确立铁含量的测定方法。
- 第 16 部分:灼烧损失量的测定 重量法;目的在于确立灼烧损失量的测定方法。
- 第 17 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立钠含量的测定方法。
- 第 18 部分:钾量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立钾含量的测定方法。
- 第 19 部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法。目的在于确立钛含量的测定方法。
- 第 20 部分:钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钒含量的测定方法。
- 第 21 部分:铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铬含量的测定方法。
- 第 22 部分:锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立锰含量的测定方法。
- 第 23 部分:硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法。目的在于确立硫含量的测定方法。
- 第 24 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法。目的在于确立磷含量的测定方法。

GB/T 4324.2—2023

- 第 25 部分:氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。目的在于确立氧含量的测定方法。
- 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。目的在于确立氮含量的测定方法。
- 第 27 部分:碳量的测定 高频燃烧红外吸收法。目的在于确立碳含量的测定方法。
- 第 28 部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。目的在于确立钼含量的测定方法。

钨化学分析方法

第2部分：铋和砷含量的测定

1 范围

本文件描述了测定钨及钨合金中铋和砷含量的方法。

本文件适用于钨粉、钨酸、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵、仲钨酸铵中铋和砷含量的测定。测定范围(质量分数)为0.000 01%~0.020%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

钨粉、钨条、蓝钨、碳化钨(细、中颗粒)用过氧化氢及氢氧化钠分解;三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氢氧化钠分解;紫钨、碳化钨(粗颗粒)灼烧成三氧化钨后用氢氧化钠分解。用柠檬酸络合钨,在盐酸介质中,用硫脲消除钛、锡等杂质元素的干扰,抗坏血酸预还原铋和砷,用三氯化钛将五价砷还原成三价,铋和砷被硼氢化钾还原为氢化物,用原子荧光光谱仪测定铋和砷的荧光强度。

5 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 水,GB/T 6682,二级。

5.2 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL),优级纯。

5.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL),优级纯。

5.4 盐酸($\rho=1.84$ g/mL),优级纯。

5.5 盐酸(1+4)。

5.6 盐酸(1+99)。

5.7 氢氧化钠溶液(100 g/L):称取100 g氢氧化钠,溶于1 000 mL水中。

5.8 柠檬酸溶液(500 g/L):称取500 g柠檬酸,溶于1 000 mL水中。