



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.9—2012
代替 GB/T 4324.1—1984

钨化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 9: Determination of cadmium content—
Inductively-coupled plasma atomic emission spectrometry
and flame atomic absorption 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

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 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分部分代替 GB/T 4324.1—1984《钨化学分析方法 方波极谱法连续测定铅、镉量》中镉量的测定，与 GB/T 4324.1—1984 相比主要技术变化如下：

- 测定方法改为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，取消了方波极谱法；
- 适用范围中增加了碳化钨、蓝钨、紫钨及偏钨酸铵；
- 将“测定次数”中“三次”改为“两次”。

本部分的方法一为仲裁分析方法。

GB/T 4324.9—2012

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、广州有色金属研究院、西北有色金属研究院。

本部分主要起草人:陈秋莲、张颖、熊晓燕、杨平平、汪灵珍、易建波、杨建国、赵声志、王津、唐维学、孙宝莲、张丹莉、禄妮。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.1—1984。

钨化学分析方法

第9部分：钼量的测定

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

1 范围

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

本部分适用于钨粉、钨条、碳化钨、三氧化钨、钨酸、蓝钨、紫钨、仲钨酸铵及偏钨酸铵中钼量的测定。方法一测定范围为 0.000 2%~0.030 %；方法二测定范围为 0.000 4%~0.003 0%。

2 总则

- 2.1 除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,所用水均为蒸馏水。
- 2.2 钨条应粉碎并通过 0.12 mm 筛网。
- 2.3 细颗粒碳化钨平均粒度为 1 μm ~3 μm ,中颗粒碳化钨平均粒度为大于 3 μm ~9 μm ,粗颗粒碳化钨平均粒度大于 9 μm 。

3 方法一 电感耦合等离子体原子发射光谱法

3.1 方法提要

钨粉、钨条、细颗粒碳化钨用过氧化氢溶解,三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵及偏钨酸铵用氨水溶解,蓝钨用过氧化氢及氨水溶解,紫钨、粗颗粒碳化钨氧化成三氧化钨后用氨水溶解,柠檬酸络合钨,加入盐酸溶解钼,于电感耦合等离子体发射光谱仪上测定钼量。

3.2 试剂

- 3.2.1 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。
- 3.2.2 硝酸(1+1)。
- 3.2.3 氨水(1+1)。
- 3.2.4 柠檬酸溶液(500 g/L)。
- 3.2.5 盐酸(1+1)。
- 3.2.6 钼标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钼($w_{\text{Cd}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,以少量水润湿,加入 20 mL 硝酸(3.2.2),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,冷却至室温,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钼。
- 3.2.7 钼标准溶液:移取 5.00 mL 钼标准贮存溶液(3.2.6)置于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 硝酸(3.2.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 钼。
- 3.2.8 钨基体:钼的质量分数小于 0.000 1%。