



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.1—2012  
代替 GB/T 4324.1—1984

---

## 钨化学分析方法 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—  
Part 1: Determination of lead content—  
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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
钨化学分析方法  
第 1 部分：铅量的测定  
火焰原子吸收光谱法  
GB/T 4324.1—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](http://www.gb168.cn)

服务热线: 010-68522006

2013 年 4 月第一版

\*

书号: 155066 · 1-47026

版权专有 侵权必究

## 前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 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：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 1 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 4324.1—1984《钨化学分析方法 方波极谱法连续测定铅、镉量》。本部分与 GB/T 4324.1—1984 相比，主要技术变化如下：

- 测定方法由“方波极谱法”改为“火焰原子吸收光谱法”；
- 适用范围中增加了碳化钨、兰钨、紫钨及偏钨酸铵；

**GB/T 4324.1—2012**

——将“测定次数”中的“三次”改为“二次”。

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、西部金属材料股份有限公司。

本部分主要起草人:易建波、张颖、孙宝莲、周恺、李佗、罗晓红、彭宇、杨建国、赵声志。

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 1 部分：铅量的测定

### 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、偏钨酸铵中铅含量的测定方法。

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、偏钨酸铵中铅含量的测定。测定范围为 0.000 3%~0.005 0%。

#### 2 方法提要

钨粉、钨条、细、中颗粒碳化钨用过氧化氢分解；蓝钨用过氧化氢和氢氧化钠分解；三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氢氧化钠分解；紫钨、粗颗粒碳化钨氧化成三氧化钨后用氢氧化钠分解。在碱性溶液中以铁(Ⅲ)为共沉淀剂使铅富集，用柠檬酸络合残留的钨，于原子吸收光谱仪上测定铅量。

#### 3 试剂

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。

- 3.1 过氧化氢( $\rho$ 1.10 g/mL)，优级纯。
- 3.2 氢氧化钠溶液(200 g/L)，用优级纯试剂配制。
- 3.3 硫酸高铁铵溶液(50 g/L)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 柠檬酸溶液(500 g/L)，用优级纯试剂配制。
- 3.6 氢氧化钠洗涤液(1 g/L)。
- 3.7 铅标准溶液：称取 0.100 0 g 金属铅( $w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$ )于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.4)，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下冷却至室温，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 100  $\mu\text{g}$  铅。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪，附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，铅的特征质量浓度不大于 0.3  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；
- 精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液(不是“零浓度”标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%；
- 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分为 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。