



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.10—2012
代替 GB/T 4324.10—1984

钨化学分析方法 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 10: Determination of copper 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

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 10 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 4324.10—1984《钨化学分析方法 新铜试剂光度法测定铜量》。本部分与 GB/T 4324.10—1984 相比，主要技术变化如下：

- 测定方法由“新铜试剂光度法”改为“火焰原子吸收光谱法”；
- 适用范围中增加了碳化钨、蓝钨、紫钨及偏钨酸铵。

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、西北有色金属研究院、北京矿冶研究总院。

GB/T 4324.10—2012

本部分主要起草人：张殿凯、李满芝、陈彩霞、孙宝莲、周恺、刘春峰、汤淑芳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.10—1984。

钨化学分析方法

第 10 部分：铜量的测定

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、偏钨酸铵中铜含量的测定方法。

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、偏钨酸铵中铜含量的测定。测定范围为 0.000 3%~0.003 0%。

2 方法原理

钨粉、钨条、细碳化钨、三氧化钨、钨酸、蓝钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵用过氧化氢及氨水分解；紫钨、粗颗粒碳化钨灼烧成三氧化钨后用过氧化氢及氨水分解；加入盐酸使钨充分水解并干过滤以除去钨基体，取清液于原子吸收光谱仪 324.7 nm 波长处，以空气-乙炔火焰，工作曲线法进行铜的测定。

3 试剂和材料

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

3.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.3 氨水($\rho=0.90$ g/mL)。

3.4 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.5 铜标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属铜 [$w(\text{Cu})\geq 99.99\%$]，置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.4)，盖上表面皿，于电热板上低温加热至完全溶解，煮沸驱赶氮的氧化物，取下冷却至室温，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 μg 铜。

3.6 铜标准溶液：移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液(3.5)，置于 250 mL 容量瓶中，加入 25 mL 盐酸(3.2)，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附铜空心阴极灯。

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，铜的特征质量浓度不大于 0.04 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

——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。