



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.13—2008
代替 GB/T 4324.13~4324.14—1984

钨化学分析方法 钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Determination of calcium content—
The inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2008-06-09 发布

2008-12-01 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 27 个部分：

- | | | | |
|--------------|---------|-------------|------------------------------------|
| GB/T 4324.1 | 钨化学分析方法 | 铅、镉量的测定 | 方波极谱法； |
| GB/T 4324.2 | 钨化学分析方法 | 铋量的测定 | 碘化钾-马钱子碱分光光度法； |
| GB/T 4324.3 | 钨化学分析方法 | 锡量的测定 | 聚乙二醇辛基苯基醚-苯荧光酮分光光度法； |
| GB/T 4324.4 | 钨化学分析方法 | 铈量的测定 | 孔雀绿分光光度法； |
| GB/T 4324.5 | 钨化学分析方法 | 砷量的测定 | 钼蓝分光光度法； |
| GB/T 4324.6 | 钨化学分析方法 | 铁量的测定 | 邻二氮杂菲分光光度法； |
| GB/T 4324.7 | 钨化学分析方法 | 钴量的测定 | 钴试剂分光光度法； |
| GB/T 4324.8 | 钨化学分析方法 | 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； |
| GB/T 4324.10 | 钨化学分析方法 | 铜量的测定 | 新铜试剂分光光度法； |
| GB/T 4324.11 | 钨化学分析方法 | 铝量的测定 | 铬天青 S 分光光度法； |
| GB/T 4324.12 | 钨化学分析方法 | 硅量的测定 | 氯化-硅钼蓝分光光度法； |
| GB/T 4324.13 | 钨化学分析方法 | 钙量的测定 | 电感耦合等离子体原子发射光谱法； |
| GB/T 4324.15 | 钨化学分析方法 | 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； |
| GB/T 4324.17 | 钨化学分析方法 | 钠量的测定 | 原子吸收光谱法； |
| GB/T 4324.18 | 钨化学分析方法 | 钾量的测定 | 原子吸收光谱法； |
| GB/T 4324.19 | 钨化学分析方法 | 钛量的测定 | 二安替比林甲烷分光光度法； |
| GB/T 4324.20 | 钨化学分析方法 | 钒量的测定 | 钼试剂分光光度法； |
| GB/T 4324.21 | 钨化学分析方法 | 铬量的测定 | 二苯基碳酰二胍分光光度法； |
| GB/T 4324.22 | 钨化学分析方法 | 锰量的测定 | 甲醛肟分光光度法； |
| GB/T 4324.23 | 钨化学分析方法 | 硫量的测定 | 燃烧-电导法； |
| GB/T 4324.24 | 钨化学分析方法 | 磷量的测定 | 铍为载带沉淀剂-钼蓝分光光度法； |
| GB/T 4324.25 | 钨化学分析方法 | 氧量的测定 | 惰气熔融库仑滴定法； |
| GB/T 4324.26 | 钨化学分析方法 | 氮量的测定 | 奈式试剂分光光度法； |
| GB/T 4324.27 | 钨化学分析方法 | 碳量的测定 | 燃烧-库仑滴定法； |
| GB/T 4324.28 | 钨化学分析方法 | 钨量的测定 | 硫氰酸盐分光光度法； |
| GB/T 4324.29 | 钨化学分析方法 | 氯化挥发后残渣量的测定 | 重量法； |
| GB/T 4324.30 | 钨化学分析方法 | 灼烧损失量的测定 | 重量法。 |

本部分为 GB/T 4324 的第 13 部分。

本部分代替 GB/T 4324.13—1984《钨化学分析方法 乙二醛双(2-羟基苯胺)光度法测定钙量》和 GB/T 4324.14—1984《钨化学分析方法 原子吸收光度法测定钙量》。

本部分与 GB/T 4324.13—1984 和 GB/T 4324.14—1984 相比主要变化如下：

——测定方法改为电感耦合等离子体原子发射光谱法，取消了乙二醛双(2-羟基苯胺)分光光度法和原子吸收分光光度法；

——增加了前言、精密度及质量保证和控制内容。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

GB/T 4324.13—2008

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由株洲硬质合金集团有限公司负责起草。

本部分由中南大学粉末冶金研究院参加起草。

本部分主要起草人：熊静、郭鹏、张江峰。

本部分主要验证人：奉冬文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.13—1984、GB/T 4324.14—1984。

钨化学分析方法

钙量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中钙含量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中钙含量的测定。测定范围:0.000 3%~0.050%。

2 方法提要

钨粉、钨条、细(中)颗粒碳化钨用过氧化氢分解;蓝钨用过氧化氢及氨水分解;三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氨水分解;紫钨、粗颗粒碳化钨氧化成三氧化钨后用氨水分解。用过氧化氢、柠檬酸络合钨,于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定钙量。

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二次蒸馏水。

3.1 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.2 氨水(1+1),用 MOS 级氨水配制。

3.3 柠檬酸溶液(500 g/L)。

3.4 钙标准贮存溶液:称取 0.139 9 g 预先经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化钙(氧化钙的质量分数不小于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),盖上表面皿,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 100 μ g 钙。

3.5 钙标准溶液:移取 10.00 mL 钙标准贮存溶液(3.4)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 钙。

3.6 钨基体:钙的质量分数小于 0.000 1%。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5 试样

5.1 钨条应粉碎并通过 125 μ m 筛网。

5.2 细颗粒碳化钨平均粒度为 1 μ m~3 μ m,中颗粒碳化钨平均粒度大于 3 μ m~9 μ m,粗颗粒碳化钨平均粒度大于 9 μ m。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.5 g~1 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。