



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.26—2012  
代替 GB/T 4324.26—1984

## 钨化学分析方法 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热情气熔融-热导法和奈氏试剂分 光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten—  
Part 26: Determination of nitrogen content—  
Pulse heating inert gas fusion-thermal conductive method and the  
Nessler reagent spectrophotometry

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 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 26 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 4324.26—1984《钨化学分析方法 奈氏试剂光度法测定氮量》，与 GB/T 4324.26—1984 相比，主要技术变化如下：

- 增加了“脉冲加热惰气熔融-热导法”；
- 补充了试验报告条款。

本部分的方法二为仲裁分析方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

**GB/T 4324.26—2012**

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、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：张杰、张颖、李锐、陈国华、陈福娟、彭宇、石新层、王宽、庄艾春、肖红新、熊晓燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.26—1984。

# 钨化学分析方法

## 第 26 部分:氮量的测定

### 脉冲加热情气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法

#### 1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条中氮量的测定方法。

本部分适用于钨中氮量的测定。方法一测定范围为 0.000 5%~0.040%;方法二测定范围为 0.001 0%~0.005 0%。

#### 2 总则

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 方法一 脉冲加热情气熔融-热导法

##### 3.1 方法提要

试样置于高纯石墨坩埚内,在氮气气氛中,以低电压大电流高温熔融,氮以分子形态被提取,与其他气体提取物分离后,用热导法测量。

##### 3.2 材料和试剂

- 3.2.1 氮气:体积分数不小于 99.995%。
- 3.2.2 高纯镍箔或镍囊:含氮量不大于 0.000 2%。
- 3.2.3 高纯石墨坩埚。
- 3.2.4 氧化铜:粒状。
- 3.2.5 高氯酸镁:无水。

注意:为防止发生爆炸,应避免该试剂与有机物接触,尤其是在丢弃时更应特别注意。

- 3.2.6 高效二氧化碳吸收剂。
- 3.2.7 玻璃棉。
- 3.2.8 氮有证标准物质。

##### 3.3 仪器

脉冲加热热导定氮仪:仪器灵敏度不小于 0.01  $\mu\text{g/g}$ 。

##### 3.4 试样

- 3.4.1 粉末试样需通过 0.180 mm 的筛子,用预先称量的镍箔或镍囊紧密包裹,再称量试样和镍箔的总量,差减得试样的质量。
- 3.4.2 块状试样在碳化硅砂轮机上轻轻磨光其表面,再在干净的硬质合金研钵上锤成直径约 5 mm,