



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.8—2008
代替 GB/T 4324.8~4324.9—1984

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

Methods for chemical analysis of tungsten—Determination of nickel content—
The inductively coupled plasma atomic emission spectrometry,
flame atomic absorption spectrometry and dimethylglyoxime gravimetry

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 | 二苯基碳酰二肼分光光度法； |
| 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 8 部分。

本部分代替 GB/T 4324.8—1984《钨化学分析方法 丁二酮肟光度法测定镍量》和 GB/T 4324.9—1984《钨化学分析方法 丁二酮肟重量法测定镍量》。

本部分与 GB/T 4324.8—1984 和 GB/T 4324.9—1984 相比主要变化如下：

- 测定方法增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法和原子吸收光谱法，取消了丁二酮肟分光光度法；
- 适用范围中增加了碳化钨、三氧化钨、钨酸、蓝钨、紫钨、仲钨酸铵及偏钨酸铵；
- 方法 3 的测定范围由“0.20%~1.50%”改为“0.20%~2.00%”；

- 将“测定次数”中“三次”改为“两次”；
- 增加了三氧化钨、钨酸、蓝钨、紫钨、仲钨酸铵及偏钨酸铵的溶样方法；
- 丁二酮肟镍沉淀的条件由原“pH8~9”改为“用氨水调至钨酸沉淀溶解,再用盐酸(1+1)调至溶液 pH6 左右,加入沉淀剂,30 mL 氨水”；
- 将 5.4.2 中“置于沸水浴中加热 15 min,切断电源,保温 90 min~100 min”改为“加入沸水至 250 mL 体积”,使镍在热的溶液中沉淀,沉淀“放置 1.5 h”；
- 将洗涤烧杯及沉淀的洗涤液由“冷的氢氧化氨溶液(1+99)”改为“水溶液”；
- 增加了前言、精密度及质量保证和控制内容。

镍的质量分数在 0.045%~0.050% 范围内,仲裁时采用方法 2。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

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。

本部分由自贡硬质合金有限责任公司、崇义章源钨制品有限公司、中南大学粉末冶金研究院参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:熊静、郭鹏、张江峰。

本部分方法 2 主要起草人:易建波、郭鹏、张江峰。

本部分方法 3 主要起草人:易建波、郭鹏、张江峰。

本部分方法 1 主要验证人:奉冬文。

本部分方法 2 主要验证人:张云霞、李萍、李慧玲。

本部分方法 3 主要验证人:菅豫梅、张云霞、李萍、谭朝晖。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4324.8—1984、GB/T 4324.9—1984。

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

方法 1 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本方法规定了钨粉、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镍量的测定方法。

本方法适用于钨粉、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镍量的测定。测定范围：0.000 4%~0.050%。

2 方法提要

钨粉、钨条、细(中)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；蓝钨用氨水及过氧化氢溶解；紫钨、粗颗粒碳化钨灼烧成三氧化钨后用氨水溶解。以盐酸溶解镍，过氧化氢、柠檬酸络合钨后，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定镍量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级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)。

3.3 柠檬酸溶液(500 g/L)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 镍标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属镍($w_{Ni} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，以少量水润湿，加入 20 mL 硝酸(1+1)，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 100 μ g 镍。

3.6 镍标准溶液：移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(3.5)置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸(1+1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镍。

3.7 钨基体：镍的质量分数小于 0.000 1%。

4 仪器和设备

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。