



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.7—2012
代替 GB/T 4324.7—1984

钨化学分析方法 第 7 部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 7: Determination of cobalt content—
Inductively coupled plasma atomic emission 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 7 部分:钴量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 4324.7—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.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47172 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

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 脉冲加热血气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热血气熔融-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 7 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 4324.7—1984《钨化学分析方法 钴试剂光度法测定钴量》。本部分与 GB/T 4324.7—1984 相比主要变化如下：

- 测量方法由“钴试剂光度法”改为“电感耦合等离子发射光谱法”；
- 检测范围由“0.000 7%~0.012%”改为“0.000 1%~0.050%”；
- 增加了重复性条款；

——修改了钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵的溶样方法，增加了蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵的溶样方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：赣州有色冶金研究所、广州有色金属研究院、厦门金鹭特种合金有限公司。

本部分主要起草人：刘鸿、黎英、熊晓燕、叶春生、钟道国、庄艾春、唐维学、张淑彬、张莹莹。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.7—1984。

钨化学分析方法

第7部分：钴量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中钴量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中钴量的测定。测定范围为 0.000 1%~0.050%。

2 方法提要

钨粉、钨条、蓝钨、细碳化钨、三氧化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲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。以盐酸沉淀主体钨，过滤后直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

3 试剂

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(1+1)。

3.4 盐酸(1+19)。

3.5 盐酸洗液(1+49)。

3.6 钴标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属钴[$w(\text{Co})\geq 99.99\%$]，置于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸(3.2)，加热溶解完全后，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钴。

3.7 钴标准溶液：移取 10.00 mL 钴标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，用盐酸(3.4)稀释至刻度，此溶液 1 mL 含 10 μg 钴。

3.8 氩气：体积分数大于 99.99%。

4 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪：分辨率小于 0.006 nm(200 nm 处)。

5 试样

5.1 钨条应粉碎并通过 0.125 mm 筛网。

5.2 细颗粒碳化钨平均粒度为 $1\ \mu\text{m}\sim 3\ \mu\text{m}$,中颗粒碳化钨平均粒度大于 $3\ \mu\text{m}\sim 9\ \mu\text{m}$,粗颗粒碳化钨平均粒度大于 $9\ \mu\text{m}$ 。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$ 。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

表 1

钴量/%	试样量/g
$0.000\ 1\sim 0.001\ 0$	1.00
$>0.001\ 0\sim 0.010$	0.50
$>0.010\sim 0.050$	0.20

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试样分解

6.4.1.1 钨粉、钨条:按表 1 称取试料置于 $100\ \text{mL}$ 烧杯中,用水润湿,分次加入 $10\ \text{mL}\sim 20\ \text{mL}$ 过氧化氢(3.1),待剧烈反应停止后,置于电炉上加热至样品完全溶解,低温蒸至近干。沿杯壁冲洗少量水,加入 $10\ \text{mL}$ 氨水,(3.3),低温溶解至清亮并冒大气泡。

6.4.1.2 三氧化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵:按表 1 称取试料置于 $100\ \text{mL}$ 烧杯中,加入 $5\ \text{mL}$ 过氧化氢(3.1)、 $30\ \text{mL}$ 氨水(3.3),在电炉上溶解至清亮并冒大气泡。

6.4.1.3 蓝钨、细、中颗粒碳化钨:按表 1 称取试料置于 $100\ \text{mL}$ 烧杯中,加 $10\ \text{mL}\sim 30\ \text{mL}$ 过氧化氢(3.1),加热蒸至近干,沿杯壁冲洗少量水,加入 $30\ \text{mL}$ 氨水(3.3),在电炉上溶解至清亮并冒大气泡。

6.4.1.4 紫钨、粗颗粒碳化钨:按表 1 称取试料置于 $100\ \text{mL}$ 石英锥形瓶中,于 $750\ ^\circ\text{C}$ 高温炉中氧化完全,以下按 6.4.1.2 进行。

6.4.2 分析试液的制备

取下试液(6.4.1),在不停搅拌下缓慢加入 $15\ \text{mL}$ 盐酸(3.2),钨酸沉淀后再低温加热至沸腾 $3\ \text{min}\sim 5\ \text{min}$,取下冷却至室温,移入 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干滤,待测。

6.4.3 分析试液的测定

在电感耦合等离子体发射光谱仪上于 $\text{Co}238.892\ \text{nm}$ 处(必要时扣除背景)测定试液(6.4.2)及随行空白的发射强度,从相应的工作曲线计算经空白校正的钴的质量浓度。

6.5 标准工作曲线

6.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 标准溶液(3.7)于 5 个不同的 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 将标准系列溶液(6.5.1)于电感耦合等离子体发射光谱仪上于 Co238.892 nm 处(必要时扣除背景)测定发射强度,以钴的质量浓度为横坐标,发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

钴含量以钴的质量分数 w_{Co} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{Co}} = \frac{(\rho - \rho_0)V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得试液中钴的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得空白溶液中钴的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得:超过表 2 中含量的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

表 2

钴的质量分数/%	0.000 51	0.002 0	0.020
重复性限/%	0.000 09	0.000 3	0.004 0

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 3 所列允许差。

表 3

钴的质量分数/%	允许差/%
>0.000 1~0.000 3	0.000 10
>0.000 3~0.000 5	0.000 15
>0.000 5~0.000 8	0.000 2
>0.000 8~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.010	0.002 0
>0.010~0.050	0.005 0

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 试样；
 - 使用的标准；
 - 使用的方法；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察的异常现象；
 - 测定日期。
-



GB/T 4324.7-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-47172

定价: 14.00 元