



# 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 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 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 脉冲加热情气熔融-红外吸收法；
- 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；
- 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 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  $\mu\text{g}$  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  $\mu\text{g}$  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  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；
- 精密性：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。

## 5 试样

钨条应粉碎并通过 0.125 mm 筛网。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 1.00 g 试样,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。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 钨粉、钨条:将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加水润湿,慢慢滴加 5 mL~10 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,用水吹洗表皿及杯壁,加 5 mL 氨水(3.3),低温加热溶解至溶液清亮。

6.4.2 细颗粒碳化钨、三氧化钨、钨酸、蓝钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵:将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加水润湿,加入 10 mL 过氧化氢(3.1),置于电炉上加热溶至无小颗粒,用水吹洗表皿及杯壁,加 10 mL 氨水(3.3),低温加热溶解至溶液清亮。

6.4.3 紫钨、粗颗粒碳化钨:将试料(6.1)置于 100 mL 石英锥形瓶中,于 750 °C 高温炉中氧化完全,以下按(6.4.2)进行。

6.4.4 向溶液(6.4.1 或 6.4.2)中缓缓加入 10 mL 盐酸(3.2),钨酸沉淀后再加热使沉淀变为亮黄色,保温 5 min,取下冷却至室温,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,取清液测定,随同试料做空白试验。

6.4.5 将上述溶液(6.4.4)在原子吸收光谱仪上,用空气-乙炔火焰,以水调零,按选定的仪器条件,于波长 324.7 nm 处,与标准系列溶液同时测量试液及空白溶液的吸光度,取三次测量平均值,从工作曲线上查出相应的铜的质量浓度。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液(3.6)于 6 个 100 mL 玻璃容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀,待测。此标准系列溶液 1 mL 含待测元素分别为 0 μg、0.10 μg、0.20 μg、0.40 μg、0.80 μg、1.00 μg。

6.5.2 使用空气-乙炔火焰,与原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以水调零,测量溶液的吸光度。以被测元素质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

铜含量以铜的质量分数  $w_{Cu}$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

$\rho$  ——自工作曲线上查得分析试液中铜的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$  ——自工作曲线上查得空白溶液中铜的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——试液总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$  ——试料的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

## 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1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 1

铜的质量分数/%	0.000 30	0.000 50	0.003 0
重复性限/%	0.000 07	0.000 08	0.000 6

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

铜的质量分数/%	允许差/%
>0.000 30~0.000 90	0.000 08
>0.000 90~0.001 5	0.000 20
>0.001 5~0.002 0	0.000 5
>0.002 0~0.003 0	0.000 7

## 9 试验报告内容

试验报告包括以下内容:

- 试样;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
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  
GB/T 4324.10—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](http://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 9 千字  
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47174 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



GB/T 4324.10-2012

打印日期: 2013年5月14日 F009