



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.17—2012
代替 GB/T 4324.17—1984

钨化学分析方法 第 17 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 17: Determination of sodium 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
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 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：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 17 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 4324.17—1984《钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钠量》。本部分与 GB/T 4324.17—1984 相比，主要变化如下：

- 适用范围中增加了碳化钨、蓝钨、紫钨、偏钨酸铵；
- 测定范围由“0.001 0%~0.080%”改为“0.000 3%~0.080%”；
- 增加了碳化钨、蓝钨、紫钨、偏钨酸铵的溶样方法；
- 取消了“以柠檬酸络合钨”的操作；

——在“工作曲线的绘制”中改用基体匹配标准曲线和无基体标准曲线的双曲线法代替原来的单曲线方法；

——将“测定次数”中“三次”改成“二次”；

——增加了重复性条款。

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：厦门钨业股份有限公司、厦门金鹭特种合金有限公司、北京有色金属研究总院、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分主要起草人：王彩云、林惠蓉、张淑彬、汤锡五、庄莹莹、李满芝、张殿凯。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.17—1984。

钨化学分析方法

第 17 部分：钠量的测定

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、蓝钨、紫钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中钠量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、碳化钨、三氧化钨、蓝钨、紫钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中钠量的测定。测定范围为 0.000 3%~0.080%。

2 方法提要

钨粉、钨条、碳化钨、蓝钨、紫钨用过氧化氢和氨水分解；三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氨水分解。用氯化铯作消电离剂，在原子吸收光谱仪上，于选定的仪器最佳工作条件下测定钠吸光度。

3 试剂

除非另有说明，本标准所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水应符合电阻率 $\geq 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

3.1 氨水($\rho=0.88 \text{ g/mL}$)，优级纯。

3.2 过氧化氢($\rho=1.10 \text{ g/mL}$)，优级纯。

3.3 氯化铯溶液(20 g/L)。

3.4 钠标准贮存溶液：称取 0.254 2 g 预先经 550 °C 灼烧 1 h 的氯化钠($w_{\text{NaCl}} \geq 99.9\%$)，置于石英烧杯中，用水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中，此溶液 1 mL 含 100 μg 钠。

3.5 钠标准溶液：移取 25.00 mL 钠标准贮存溶液(3.4)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中，此溶液 1 mL 含 5 μg 钠。

3.6 钨基体：与试样组成相似，钠含量不大于 0.000 3%。

4 仪器

4.1 原子吸收光谱仪，附钠空心阴极灯。

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，钠的特征质量浓度不大于 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度：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 1.5%；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。