



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.1—202X

代替 GB/T 4324.1-2012、GB/T 4324.9-2012、GB/T 4324.10-2012、GB/T 4324.17-2012、GB/T 4324.18-2012

钨化学分析方法

第1部分：铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾 含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 1: Determination of lead, nickel, cadmium, copper, magnesium, sodium,
potassium contents—Flame atomic absorption spectrometry

（讨论稿）

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 4324《钨化学分析方法》的第1部分。GB/T 4324 已经发布了以下部分：

- 第1部分：铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第2部分：铋和砷含量的测定；
- 第3部分：锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第4部分：铈量的测定 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。

本文件代替 GB/T 4324.1-2012《钨化学分析方法 第1部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4324.9-2012《钨化学分析方法 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》、GB/T 4324.10-2012《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 4324.17-2012《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》、GB/T 4324.18-2012《钨化学分析方法 第18部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与 GB/T 4324.1-2012、GB/T 4324.9-2012、GB/T 4324.10-2012、GB/T 4324.17-2012、GB/T 4324.18-2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了方法范围，将钠的测定范围由“0.000 3%~0.080%”改为“0.000 3%~0.020%”，将钾的测定范围由“0.000 5%~0.080%”改为“0.000 5%~0.020%”；（见第1章，GB/T 4324.17-2012 的

第1章、GB/T 4324.18-2012的第1章）；

b) 增加了镍和镁含量的测定（见第1章）；

c) 更改了钾和钠的标准溶液配制（见5.22，GB/T 4324.17-2012的3.5、GB/T 4324.18-2012的3.5）

d) 更改了钾和钠的工作曲线绘制（见8.5.1，GB/T 4324.17-2012的6.5、GB/T 4324.18-2012的6.5）

e) 统一了铅、镍、镉、铜、镁含量分析结果的计算（见9.1，GB/T 4324.1-2012的7、GB/T 4324.8-2008的7、GB/T 4324.9-2012的4.5、GB/T 4324.10-2012的7、GB/T 4324.15-2008的7）；

f) 增加了工作曲线的相关系数要求（见8.5.1、8.5.2.6）

g) 删除了精密度中的允许差，增加了再现性限（见10.2，GB/T 4324.1-2012的8.2、GB/T 4324.8-2008的8.2、GB/T 4324.9-2012的4.6.2、GB/T 4324.10-2012的8.2、GB/T 4324.15-2008的8.2、GB/T 4324.17-2012的8.2、GB/T 4324.18-2012的8.2）；

h) 增加了附录A精密度（见附录A）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：XXXXX。

本文件主要起草人：XXXXX。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.1，1984年首次发布，2012年第一次修订时拆分为GB/T 4324.1和GB/T 4324.9；

——GB/T 4324.10，1984年首次发布，2012年第一次修订；

——GB/T 4324.17，1984年首次发布，2012年第一次修订；

——GB/T 4324.18，1984年首次发布，2012年第一次修订。

引 言

钨及钨合金由于具有高熔点、高比重、高硬度的特点,广泛应用于机械加工、冶金、采矿、电子电讯、建筑业、兵器工业、航空航天等领域。GB/T4324旨在通过实验研究建立一套完整、切实可行且适应于钨产品生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准,结合标准体系优化工作的要求,拟由23个部分构成:

- 第1部分:铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾含量的测定方法。
- 第2部分:铋和砷含量的测定。目的在于确立铋和砷含量的测定方法。
- 第3部分:锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法。目的在于确立锡含量的测定方法。
- 第4部分:锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法。目的在于确立锑含量的测定方法。
- 第6部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法。目的在于确立铁含量的测定方法。
- 第7部分:钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钴含量的测定方法。
- 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。目的在于确立镍含量的测定方法。
- 第11部分:铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铝含量的测定方法。
- 第12部分:硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法。目的在于确立硅含量的测定方法。
- 第13部分:钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钙含量的测定方法。
- 第14部分:氯化挥发后残渣量的测定 重量法。目的在于确立氯化挥发后残渣量的测定方法。
- 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。目的在于确立镁含量的测定方法。
- 第16部分:灼烧损失量的测定 重量法。目的在于确立灼烧损失量的测定方法。
- 第19部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法。目的在于确立钛含量的测定方法。
- 第20部分:钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钒含量的测定方法。
- 第21部分:铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铬含量的测定方法。
- 第22部分:锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立锰含量的测定方法。
- 第23部分:硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法。目的在于确立硫含量的测定方法。
- 第24部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法。目的在于确立磷含量的测定方法。
- 第25部分:氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。目的在于确立氧含量的测定方法。
- 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。目的在于确立氮含量的测定方法。

——第27部分:碳量的测定 高频燃烧红外吸收法。目的在于确立碳含量的测定方法。

——第28部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。目的在于确立钼含量的测定方法。

本文件采用火焰原子吸收光谱法整合测定钨化学品中铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾含量。本文件进一步提高了标准的适用性,在提升钨化学品质量,促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要意义。

钨化学分析方法
第1部分：铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾含量的测定
火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件描述了钨粉、钨酸、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵、仲钨酸铵中铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾含量的测定方法。
本文件适用于钨粉、钨酸、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵、仲钨酸铵中铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾含量的测定，测定范围（质量分数）见表1。

表1 测定范围

元素	质量分数
铅	0.0003%~0.0050%
镍	0.045%~0.20%
镉	0.0004%~0.0030%
铜	0.0003%~0.0030%
镁	0.0003%~0.050%
钠	0.0003%~0.020%
钾	0.0005%~0.020%

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

4.1 钨粉、钨条、碳化钨、蓝钨、紫钨用过氧化氢和氨水分解；仲钨酸铵、钨酸、三氧化钨、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、钾吸光度。

4.2 钨粉、钨条、细、中颗粒碳化钨用过氧化氢分解；蓝钨用过氧化氢和氢氧化钠分解；三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氢氧化钠分解；紫钨、粗颗粒碳化钨氧化成三氧化钨后用氢氧化钠分解。在碱性溶液中以铁(III)为共沉淀剂使铅富集，用柠檬酸络合残留的钨，于原子吸收光谱仪上测定铅量。

4.3 钨粉、钨条、细(中)颗粒碳化钨用过氧化氢分解；蓝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；紫钨、粗颗粒碳化钨灼烧成三氧化钨后用氨水分解。以盐酸溶解镍，过氧化氢、柠檬酸络合钨后，于原子吸收光谱仪上测定镍量。

4.4 钨粉、钨条、细(中)颗粒碳化钨用过氧化氢分解；蓝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；紫钨、粗颗粒碳化钨灼烧成三氧化钨后用氨水分解。以盐酸溶解镉，过氧化氢、柠檬酸络合钨后，于原子吸收光谱仪上测定镉量。

4.5 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上测定铜量。

4.6 钨粉、钨条、细(中)颗粒碳化钨用过氧化氢分解；蓝钨用过氧化氢及氨水分解；三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氨水分解；紫钨、粗颗粒碳化钨灼烧成三氧化钨后用氨水分解。用过氧化氢、柠檬酸络合钨，于原子吸收光谱仪上测定镁量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

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

5.2 氢氧化钠溶液(200 g/L)，用优级纯试剂配制。

5.3 硫酸高铁铵溶液(50 g/L)。

5.4 硝酸(1+1)。

5.5 柠檬酸溶液(500 g/L)，用优级纯试剂配制。

5.6 氢氧化钠洗涤液(1 g/L)。

5.7 氨水(1+1)。

5.8 盐酸(1+1)。

5.9 氯化铯溶液(20 g/L)。

5.10 铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾标准贮存溶液、标准溶液：可采用市售可量值溯源的有证标准溶液，也可按照 5.11-5.22 配制方式进行配制使用。

5.11 钠标准贮存溶液：称取 0.2542 g 预先经 550 °C 灼烧 1 h 的氯化钠($w_{\text{NaCl}}\geq 99.9\%$)于 250 mL 烧杯中，用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钠。

5.12 钾标准贮存溶液：称取 0.1907 g 预先经 550 °C 灼烧 1 h 的氯化钾($w_{\text{KCl}}\geq 99.9\%$)于 250 mL 烧杯中，用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钾。

5.13 钠/钾混合标准溶液：分别移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液(5.11)和钾标准贮存溶液(5.12)，置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含钠、钾各 5 μg 。

5.14 铅标准溶液：称取 0.1000 g 金属铅($w_{\text{Pb}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(5.4)，盖上表明皿，低温加热至完全溶解，取下冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

5.15 镍标准贮存溶液：称取 1.000 g 金属镍($w_{\text{Ni}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(5.4)，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

5.16 镍标准溶液：移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液（5.15）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 镍。

5.17 镉标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属镉 ($w_{Cd} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸（5.4），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

5.18 镉标准溶液：移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液（5.17）于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镉。

5.19 铜标准贮存溶液：铜标准贮存溶液：称取 0.1000g 金属铜 ($w_{Cu} \geq 99.99\%$)，置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸（5.4），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 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 100 μg 铜。

5.20 铜标准溶液：移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液（5.19），置于 250 mL 容量瓶中，加入 25 mL 盐酸（5.8），用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

5.21 镁标准贮存溶液：称取 0.1658 g 预先经 780 °C 灼烧 1 h 的氧化镁 ($w_{MgO} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸（5.8），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 00 μg 镁。

5.22 镁标准溶液：移取 10.00 mL 镁标准贮存溶液（5.21）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镁。

5.23 钨基体：与试样组成相似，铅、镍、铜、镁、钠含量分别 $\leq 0.0003\%$ ，镉含量 $\leq 0.0004\%$ ，钾含量 $\leq 0.0005\%$ 。

6 仪器设备

原子吸收光谱仪，附钠、钾、铅、镍、镉、铜、镁空心阴极灯。

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，钾的特征质量浓度不大于 0.03 ug/ml，镁、钠的特征质量浓度分别不大于 0.01 μg/mL，铅、镉的特征质量浓度不大于 0.15 μg/mL，镍的特征质量浓度不大于 0.1 μg/mL，铜的特征质量浓度不大于 0.05 μg/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 1.5%；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。

各元素推荐波长见表 2。

表 2 各元素推荐波长

元素	钠	钾	铅	镍	镉	铜	镁
波长 nm	589.0	766.5	217.0	232.0	228.8	324.7	285.2 (0~0.5 μg/mL) 202.6 (0~5.0 μg/mL)

7 样品

7.1 钨条应粉碎并通过 125 μm 筛网。

GB/T 4324.1—202X

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

注：其他样品不做要求。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 $0.20\ \text{g}$ ~ $1.50\ \text{g}$ 样品（7），精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$ 。

8.2 平行测定

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 钠、钾含量的测定

8.4.1.1 试料的处理

8.4.1.1.1 钨粉、钨条、碳化钨、蓝钨、紫钨：将试料（8.1）置于 $200\ \text{mL}$ 石英烧杯中，用水润湿，加入 $10\ \text{mL}$ 过氧化氢（5.1），低温加热使试料溶解（若溶解不完全，可适当多加过氧化氢，使试料溶解完全，并随同做空白试验），再加入 $2\ \text{mL}$ 氨水（5.7）使溶液清亮，加热至冒大气泡，取下，冷却。

8.4.1.1.2 仲钨酸铵、钨酸、三氧化钨、偏钨酸铵：将试料（8.1）置于 $200\ \text{mL}$ 石英烧杯中，偏钨酸铵加水约 $40\ \text{mL}$ ，钨酸、三氧化钨加水约 $20\ \text{mL}$ ，加入 $2\ \text{mL}$ 氨水（5.7），加热煮沸使试料溶解完全（若溶解不完全，可适当多加氨水，使试料溶解完全，并随同做空白试验），取下，冷却。

8.4.1.2 取下稍冷后，加入 $1\ \text{mL}$ 氯化铯溶液（5.9），移入 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.1.3 样品中钠、钾含量超过标准曲线范围，酌情对样品进行稀释处理。

8.4.2 铅含量的测定

8.4.2.1 试料的处理

8.4.2.1.1 钨粉、钨条、细（中）颗粒碳化钨：将试料（8.1）置于 $300\ \text{mL}$ 烧杯中，分次加入 $5\ \text{mL}$ ~ $15\ \text{mL}$ 过氧化氢（5.1），待剧烈反应停止后，盖上表面皿，低温加热至试料完全溶解，取下。加入 $10\ \text{mL}$ 氢氧化钠溶液（5.2），在电炉上加热至溶液清亮。按 8.4.2.2 进行。

8.4.2.1.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵：将试料（8.1）置于 $300\ \text{mL}$ 烧杯中，加入 $10\ \text{mL}$ 氢氧化钠溶液（5.2），盖上表面皿，在电炉上加热至试料完全溶解，取下。按 8.4.2.2 进行。

8.4.2.1.3 蓝钨：将试料（8.1）置于 $300\ \text{mL}$ 烧杯中，加入 $20\ \text{mL}$ 过氧化氢（5.1），在低温电热板上加热溶解并蒸至近干，取下。加入 $10\ \text{mL}$ 氢氧化钠溶液（5.2），低温加热至溶液清亮。按 8.4.2.2 进行。

8.4.2.1.4 紫钨、粗颗粒碳化钨：将试料（8.1）置于 $150\ \text{mL}$ 石英烧杯中，在 $750\ ^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧成三氧化钨。加入 $10\ \text{mL}$ 氢氧化钠溶液（5.2），盖上表面皿，在电炉上加热至试料完全溶解，取下。将试液转入 $300\ \text{mL}$ 烧杯中。

8.4.2.2 沉淀分离及铅的富集

8.4.2.2.1 用水吹洗表面皿及杯壁，并稀释至 $150\ \text{mL}$ 体积，在不断搅拌下加入 $3\ \text{mL}$ 硫酸高铁铵溶液（5.3），在电炉上加热煮沸 $1\ \text{min}$ ~ $2\ \text{min}$ ，取下。将试液在水浴上保温 $1\ \text{h}$ 。

8.4.2.2.2 用快速滤纸过滤，以氢氧化钠洗涤液（5.6）洗涤烧杯 3 次，沉淀 6 次。

8.4.2.2.3 将沉淀以 20 mL 热的硝酸 (5.4) 分 4 次溶解于预先加有 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5) 的 50 mL 烧杯中, 滤纸用少量水洗涤。以 5 mL 热的硝酸 (5.4) 洗涤原烧杯, 合并溶液于 50 mL 烧杯中。将 50 mL 烧杯置于低温电炉上加热浓缩体积至 3 mL。

8.4.2.2.4 将烧杯内溶液转入 10 mL 比色管中, 用水稀释至刻度, 混匀。

8.4.3 镍量的测定

8.4.3.1 试料的处理

8.4.3.1.1 钨粉、钨条、细 (中) 颗粒碳化钨: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 烧杯中, 用水润湿, 分次加入 5 mL~10 mL 过氧化氢 (5.1), 待激烈反应停止后, 盖上表面皿, 低温加热至试料溶解, 取下。加入 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸。

8.4.3.1.2 三氧化钨、钨酸: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 烧杯中, 加入 30 mL 氨水 (5.7), 盖上表面皿, 低温加热至试料溶解, 取下。加入 1 mL 过氧化氢 (5.1), 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸。

8.4.3.1.3 仲钨酸铵、偏钨酸铵: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 烧杯中, 加入约 50 mL 水, 5 mL 氨水 (5.7), 低温加热至试料溶解, 并蒸至 15 mL 体积, 取下。加入 1 mL 过氧化氢 (5.1), 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸。

8.4.3.1.4 蓝钨: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 烧杯中, 加入 20 mL 过氧化氢 (5.1), 加热蒸至近干, 取下。以下按 8.4.3.1.2 进行。

8.4.3.1.5 紫钨、粗颗粒碳化钨: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 石英烧杯中, 在 750 °C 的高温炉中灼烧至完全氧化为三氧化钨。以下按 8.4.3.1.2 进行。

8.4.3.2 取下稍冷, 加入 6 mL 盐酸 (5.8), 低温加热煮沸 5 min~10 min。取下稍冷, 加入 25 mL 氨水 (5.7), 低温加热煮沸约 5 min, 取下。加入 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸至试液清亮。取下冷却。

8.4.3.3 将试液移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

8.4.4 钼量的测定

8.4.4.1 试料的处理

8.4.4.1.1 钨粉、钨条、细 (中) 颗粒碳化钨: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 烧杯中, 用水润湿, 分次加入 10 mL 过氧化氢 (5.1), 待激烈反应停止后, 盖上表面皿, 低温加热至试料完全溶解并蒸至近干, 取下冷却, 用水吹洗杯壁, 加入 2 mL 过氧化氢 (5.1), 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸。

8.4.4.1.2 三氧化钨、钨酸: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 烧杯中, 加入 40 mL~45 mL 氨水 (5.7), 盖上表面皿, 加热使试料完全溶解, 并蒸至体积 3 mL~5 mL。取下冷却, 用水吹洗杯壁, 加入 2 mL 过氧化氢 (5.1), 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸。

8.4.4.1.3 仲钨酸铵、偏钨酸铵: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 烧杯中, 加入约 30 mL 水, 3 mL~5 mL 氨水 (5.7), 加热煮沸至完全溶解, 取下冷却, 用水吹洗杯壁, 加入 2 mL 过氧化氢 (5.1), 加入 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸。

8.4.4.1.4 蓝钨: 将试料 (8.1) 置于 200 mL 烧杯中, 加入 20 mL 过氧化氢 (5.1), 低温加热溶解并蒸至近干, 取下, 加入 30 mL 氨水 (5.7), 低温加热至溶液清亮, 蒸至体积约 3 mL~5 mL, 取下冷却, 用水吹洗杯壁, 加入 2.0 mL 过氧化氢 (5.1), 1.0 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸。

8.4.4.1.5 紫钨、粗颗粒碳化钨: 将试料置于 200 mL 石英烧杯中, 在 750 °C 的高温炉中灼烧成三氧化钨。以下按 8.4.4.1.2 进行。

8.4.4.2 取下稍冷后, 用水吹洗表面皿及杯壁, 并控制体积约 20 mL~30 mL。加入 5 mL 盐酸 (5.8), 低温加热煮沸 10 min~15 min, 取下稍冷, 加入 12 mL 氨水 (5.7), 低温加热煮沸, 取下, 加入 1 mL 柠檬酸溶液 (5.5), 加热煮沸至溶液清亮。取下冷却。

8.4.4.3 将试液移入 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

8.4.5 铜量的测定

8.4.5.1 试料的处理

8.4.5.1.1 钨粉、钨条：将试料（8.1）置于 150 mL 烧杯中，加水润湿，慢慢滴加 5 mL~10 mL 过氧化氢（5.1），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（5.7），低温加热溶解至溶液清亮。

8.4.5.1.2 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（8.1）置于 150 mL 烧杯中，加水润湿，加入 10 mL 过氧化氢（5.1），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（5.7），低温加热溶解至溶液清亮。

8.4.5.1.2 紫钨、粗颗粒碳化钨：将试料（8.1）置于 100 mL 石英锥形瓶中，于 750 °C 高温炉中氧化完全，以下按 8.4.5.1.2 进行。

8.4.5.2 取下稍冷后，缓缓加入 10 mL 盐酸（5.8），钨酸沉淀后再加热使沉淀变为亮黄色，保温 5 min，取下冷却。

8.4.5.3 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。

8.4.6 镁量的测定

8.4.6.1 试料的处理

8.4.6.1.1 钨粉、钨条、细（中）颗粒碳化钨：将试料（8.1）置于 200 mL 石英烧杯中，用水润湿，分次加入 10 mL 过氧化氢（5.1），待激烈反应停止后，盖上表面皿，低温加热至试料完全溶解，取下。

8.4.6.1.2 三氧化钨、钨酸：将试料（8.1）置于 200 mL 石英烧杯中，加入 40 mL 氨水（5.7），盖上表面皿，低温加热至试料溶解，并蒸至出现白色结晶，加入 5 mL 过氧化氢（5.1），加热至试液清亮。

8.4.6.1.3 偏钨酸铵、仲钨酸铵：将试料（8.1）置于 200 mL 石英烧杯中，加入约 50 mL 水，5 mL 氨水（5.7），加热至试料溶解，并蒸至出现白色结晶，加入 5 mL 过氧化氢（5.1），加热至试液清亮。

8.4.6.1.4 蓝钨：将试料（8.1）置于 100 mL 石英锥形瓶中，加 20 mL 过氧化氢（5.1），加热蒸至近干，以下按 8.4.6.1.2 进行。

8.4.6.1.5 紫钨、粗颗粒碳化钨：将试料（8.1）置于 100 mL 石英锥形瓶中，于 750 °C 高温炉中灼烧至完全氧化为三氧化钨，以下按 8.4.6.1.2 进行。

8.4.6.2 加 2 mL 柠檬酸溶液（5.5），加热煮沸至无小气泡，冷却。

8.4.6.3 将试液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.7 测量

8.4.7.1 将上述溶液（8.4.1.2 或 8.4.2.2.4 或 8.4.3.3 或 8.4.4.3 或 8.4.5.3 或 8.4.6.3）在原子吸收光谱仪上，于原子吸收光谱仪各元素推荐波长处，用空气-乙炔火焰，以水调零，测定试液及随同试料空白的吸光度。

8.4.7.2 从工作曲线上查出相应的铅、镍、镉、铜、镁、钠、钾量（或以比较法计算结果）。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 钠、钾工作曲线

8.5.1.1 有基体标准曲线：称取六份与试料含钨量相同的钨基体（5.23），置于一组 200 mL 烧杯中，按 8.4.1.1 处理后，分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钠/钾混合标准溶液（5.13）。再按 8.4.1.2 项进行。以被测元素的标准加入量（ μg ）为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的相关系数应不小于 0.999。

8.5.1.2 无基体标准曲线：于一组 200 mL 烧杯中，分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00

mL、5.00 mL 钠/钾混合标准溶液 (5.13)，加入 2 mL 氨水 (5.7)，再按 8.4.1.2 项进行。以被测元素标准加入量 (μg) 为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的相关系数应不小于 0.999。

8.5.2 铅、镍、镉、铜、镁工作曲线

8.5.2.1 铅工作曲线：分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铅标准溶液 (5.14) 于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (5.4)，用水稀至刻度，混匀。

8.5.2.2 镍工作曲线：称取七份与试料等量的钨基体 (5.23) 于一组 200 mL 烧杯中，按 8.4.3.1~8.4.3.2 处理后，移入 100 mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镍标准溶液 (5.16)，用水稀至刻度，混匀。

8.5.2.3 镉工作曲线：称取五份与试料等量的钨基体 (5.23) 于一组 200 mL 烧杯中，按 8.4.4.1~8.4.4.2 处理后，移入 50 mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 镉标准溶液 (5.18)，用水稀至刻度，混匀。

8.5.2.4 铜工作曲线：移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液 (5.20) 于 6 个 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸 (5.8)，以水稀释至刻度，混匀。

8.5.2.5 镁工作曲线：称取六份与试料等量的基体 (5.23) 置于一组 200 mL 石英烧杯中，按 8.4.6.1~8.4.6.2 处理，将试液移入 100 mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液 (5.21 或 5.22)，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2.6 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪各元素推荐波长处，以水调零，测量系列标准溶液的吸光度。减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度。以被测元素标准加入量 (μg) 为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的相关系数应不小于 0.999。

9 分析结果的计算

9.1 钠、钾含量分别以钠、钾的质量分数 $w_{(i)}$ 计，由计算机软件按公式 (1) 计算：

$$w_{(i)} = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w_{(i)}$ ——试样中待测元素的含量；

m_2 ——从工作曲线上查得试液中待测元素的质量，单位为微克 (μg)；

m_1 ——从工作曲线上查得空白溶液中待测元素的质量，单位为微克 (μg)；

m_0 ——试料的质量，单位为克 (g)。

9.2 铅、镍、镉、铜、镁含量分别以铅、镍、镉、铜、镁的质量分数 $w_{(i)}$ 计，由计算机软件按公式 (2) 计算：

$$w_{(i)} = \frac{m_i \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w_{(i)}$ ——试样中待测元素的含量；

m_i ——从工作曲线计算得到试液中经空白校正的待测元素质量，单位为微克 (μg)；

m_0 ——试料的质量，单位为克 (g)。

10 精密度

10.1 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，在表 3 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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 重复性限（*r*）

$w_{Nd}/\%$			
$r/\%$			
$w_{Zr}/\%$			
$r/\%$			
$w_{Pb}/\%$	0.00045	0.0020	0.0040
$r/\%$	0.00012	0.0003	0.0005
$w_{Ni}/\%$	0.0478	0.193	
$r/\%$	0.0060	0.017	
$w_{Cd}/\%$	0.00041	0.0012	0.0030
$r/\%$	0.00010	0.0003	0.0003
$w_{Cu}/\%$	0.00030	0.00050	0.0030
$r/\%$	0.00007	0.00008	0.0006
$w_{Mg}/\%$	0.00043	0.00430	0.0436
$r/\%$	0.00007	0.00062	0.0044

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 4 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过 5%。再现性限（*R*）按照表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 再现性限（*R*）

$w_{Nd}/\%$					
$r/\%$					
$w_{Zr}/\%$					
$r/\%$					
$w_{Pb}/\%$	0.0003~0.0015	>0.0015~0.0030	>0.0030~0.0050		
$r/\%$	0.0002	0.0004	0.0006		
$w_{Ni}/\%$	0.045~0.10	>0.10~0.20			
$r/\%$	0.006	0.03			
$w_{Cd}/\%$	0.0004~0.0010	>0.0010~0.0020	>0.0020~0.0030		
$r/\%$	0.0002	0.0003	0.0004		
$w_{Cu}/\%$	>0.00030~0.00090	>0.00090~0.0015	>0.0015~0.0020	>0.0020~0.0030	
$r/\%$	0.00008	0.00020	0.0005	0.0007	
$w_{Mg}/\%$	0.0003-0.0009	>0.0009~0.0030	>0.0030~0.010	>0.010~0.025	>0.025~0.050
$r/\%$	0.00025	0.0005	0.0010	0.0030	0.0060

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
——试验对象；

- 使用的标准（包括发布和出版年号）；
- 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

