



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.15—2008  
代替 GB/T 4324.15~4324.16—1984

## 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

Methods for chemical analysis of tungsten—  
Determination of magnesium content—  
The flame atomic absorption spectrometry and inductively coupled  
plasma atomic emission spectrometry

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       | 二苯基碳酰二胍分光光度法；                      |
| 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 15 部分。

本部分代替 GB/T 4324.15—1984《钨化学分析方法 偶氮氯膦 I 光度法测定镁量》和 GB/T 4324.16—1984《钨化学分析方法 原子吸收光度法测定镁量》。

本部分与 GB/T 4324.15—1984 和 GB/T 4324.16—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，取消了偶氮氯膦 I 分光光度法；
- 适用范围中增加了蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵，测定范围由“0.000 3%~0.020%”改为“0.000 3%~0.050%”；
- 为保证样品适用不同溶解方法，在“试样”中对细、中、粗颗粒碳化钨的平均粒度作了界定；

- 将“测定次数”中“三次”改为“两次”；
- 对钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵分别修改了溶样方法，增加了蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵的溶样方法；
- 在“工作曲线的绘制”中改用基体匹配标准曲线法代替样品标准加入法；
- 增加了前言、精密度及质量保证和控制内容。

本部分方法 2 为仲裁方法。

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。

本部分主要起草人：张颖、郭鹏、张江峰。

本部分方法 1 主要验证人：李慧玲、张云霞、李萍。

本部分方法 2 主要验证人：奉冬文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4324.15—1984、GB/T 4324.16—1984。

# 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

#### 方法 1 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本方法规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中镁含量的测定方法。

本方法适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中镁含量的测定。测定范围：0.000 3%~0.050%。

#### 2 方法提要

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。

#### 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( $\rho$ 1.10 g/mL)。

3.2 氨水(1+1)。

3.3 柠檬酸溶液(500 g/L)。

3.4 镁标准贮存溶液：称取 0.165 8 g 预先经 780℃ 灼烧 1 h 的氧化镁(氧化镁的质量分数不小于 99.99%)，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸(1+1)，低温加热溶解，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  $\mu$ g 镁。

3.5 镁标准溶液：移取 10.00 mL 镁标准贮存溶液(3.4)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu$ g 镁。

3.6 钨基体：镁的质量分数小于 0.000 1%。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯。

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，镁的特征质量浓度不大于 0.01  $\mu$ 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平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，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。