

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3数据采用线性内插法求得;超过表3中含量的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

表 3

钼质量分数/%	0.001 6	0.008 2	0.011 6	0.050	0.303
重复性限/%	0.000 3	0.000 5	0.001 0	0.004	0.023

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

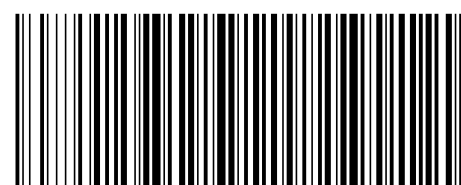
表 4

钼质量分数/%	允许差/%
0.001 5~0.006 0	0.000 4
>0.006 0~0.012 0	0.000 6
>0.012~0.020	0.001 0
>0.020~0.060	0.004
>0.060~0.150	0.007
>0.150~0.250	0.015
>0.250~0.350	0.025

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 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。



GB/T 4324.28-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47190

定价: 14.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.28—2012
代替 GB/T 4324.28—1984钨化学分析方法
第28部分:钼量的测定
硫氰酸盐分光光度法Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 28: Determination of molybdenum content—
The thiocyanate spectrophotometry

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

表 2

钼质量分数/%	吸收皿厚度/cm
0.001 5~0.008 0	1
>0.008 0~0.020	2
>0.020~0.35	1

6.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 氢氧化钠溶液(3.6),加热至试样溶解完全,取下,冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。分取 10.00 mL 上清液,置于盛有 3 g 柠檬酸(3.1)的 50 mL 比色管中。以下按 6.4.1.3~6.4.1.5 操作。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 工作曲线 1:适用于钼量不小于 0.020%的试样

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 钼标准溶液(3.11),分别置于盛有 3 g 柠檬酸(3.1)的 50 mL 比色管中,加水至 10 mL,以下按 6.4.1.3 进行,移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.2 工作曲线 2:适用于钼量>0.008%~0.020%的试样

移取 0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 钼标准溶液(3.12),分别置于盛有 3 g 柠檬酸(3.1)的 50 mL 比色管中,加水至 10 mL,以下按 6.4.1.3 进行,移取部分溶液于 2 cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.3 工作曲线 3:适用于钼量小于 0.008%的试料

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 钼标准溶液(3.12),分别置于盛有 3 g 柠檬酸(3.1)的 50 mL 比色管中,加水至 10 mL,以下按 6.4.1.3 和 6.4.1.5 进行。以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

钼量以钼的质量分数 w_{Mo} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{Mo} = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{mV} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从工作曲线上查得的钼量,单位为微克(μg);
- m ——试料质量,单位为克(g);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钨化学分析方法
第 28 部分:钼量的测定
硫氰酸盐分光光度法
GB/T 4324.28—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 11 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号:155066·1-47190 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

5 试样

钨条试样需粉碎,并过 0.125 mm 筛。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

钨质量分数/%	称样量/g
0.001 5~0.008 0	2.00
>0.008 0~0.10	1.50
>0.10~0.20	1.00
>0.20~0.30	0.50
>0.30~0.35	0.20

6.2 测定数量

称取两份试样进行平行测定,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

6.4.1.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,以 2 mL~3 mL 水润湿,在不断摇动下分两次加入 5 mL 过氧化氢(3.3),剧烈反应停止后,再分 2~3 次加入 10 mL~15 mL 过氧化氢(3.3),低温加热至溶解完全并蒸发至近干,取下。

6.4.1.2 加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.6),用水洗净表面皿及杯壁,加热溶解至溶液清亮,煮沸 5 min,驱净过氧化氢,取下冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.1.3 移取 10.00 mL 上清液,置于盛有 3 g 柠檬酸(3.1)的 50 mL 比色管中。摇动,使柠檬酸溶解,依次加入 4 mL 硫酸(3.4),立即用水冷却后,加入 0.5 mL 硫酸铁溶液(3.9)、2 mL 硫氰酸钾溶液(3.7)、2.5 mL 抗坏血酸溶液(3.8),每加一种试剂需混匀,用水稀释至 25.00 mL,混匀,放置 30 min。

6.4.1.4 移取部分溶液于表 2 所示的相应吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度,减去随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查得相应的钨量。

6.4.1.5 钨质量分数小于 0.008% 的试样,按下列步骤进行萃取:将比色管中的试液(6.4.1.3),移入 125 mL 分液漏斗中,用 25 mL 硫酸(3.5)将比色管洗净,合并到分液漏斗中(总体积为 50 mL),加入 10 mL 乙酸正丁酯(3.2),震荡 3 min,静止分层,弃去水相。将部分有机相移入表 2 所示相应的吸收皿中,以乙酸正丁酯为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。减去随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查得相应的钨量。

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 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:钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 28 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 4324.28—1984《钨化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钨量》。本部分与 GB/T 4324.28—1984 相比,主要技术变化如下:

- 工作曲线部分增加了适用于钨量 >0.008%~0.020% 的试料的工作曲线绘制;
- 对于钨量在 >0.008%~0.020% 范围的试液采用 2 cm 吸收皿测量吸光度;
- 取消了原稿中酚酞乙醇溶液的配制。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。