



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.12—2013
代替 GB/T 4325.12—1984

GB/T 4325.12—2013

钼化学分析方法 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 12: Determination of silicon content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
第 12 部分：硅量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 4325.12—2013

*
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 8 千字
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47308 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 4325.12—2013

2013-05-09 发布

2014-02-01 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 1

硅的质量分数/%	试料质量/g	移取体积/mL
0.000 2~0.005 0	1.00	全量
>0.005 0~0.010 0	0.50	全量
>0.010 0~0.100 0	0.20	20.00

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.2)置于 50 mL 铂坩埚中,加入少量水润湿,加入 0.5 mL 氢氧化钠溶液(3.3),加热煮沸 5 min,取下冷却,加入少量水和 1 mL 过氧化氢(3.1)和 3 mL 硝酸(3.2),移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

注:钨金属制品先用适量过氧化氢(3.1)溶解后再转移至铂坩埚中进行碱溶解。

5.4.2 在仪器运行稳定后,于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,在选定的仪器工作条件下,于等离子体发射光谱仪波长 252.411 nm 或 288.158 nm 处测量试液及随同试料空白的发射强度,减去试料空白的发射强度,从相应的工作曲线上查得硅的浓度。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 按试料量称取钨基体分别置于五个铂坩埚中,加入少量水润湿,滴加 0.5 mL 氢氧化钠溶液(3.3),低温加热完全溶解,加热煮沸 5 min,取下冷却,加入少量水和 1.0 mL 过氧化氢(3.1),滴加 3 mL 硝酸(3.2),移至 100 mL 容量瓶中,分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 硅标准溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 将系列标准溶液在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,于 252.411 nm 或 288.158 nm 处进行测量,工作曲线的相关系数应在 0.999 以上,否则应重新进行测量或重新配制系列标准溶液进行测量。

6 分析结果的计算

硅含量以硅的质量分数 w_{Si} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{Si}} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——仪器测出试液中硅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——被测试液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——移取试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

7 精密度

7.1 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

前 言

GB/T 4325《钨化学分析方法》分为 26 部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:铋量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 4 部分:锡量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 5 部分:锑量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 6 部分:砷量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 7 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 8 部分:钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:镍量的测定 丁二酮肟分光光度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 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 12 部分:硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 13 部分:钙量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 15 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:钾量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 17 部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 18 部分:钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 19 部分:铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法;
- 第 20 部分:锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 21 部分:碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法;
- 第 22 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 23 部分:氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法;
- 第 24 部分:钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 25 部分:氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法;
- 第 26 部分:铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 12 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 4325.12—1984《钨化学分析方法 氯化钨蓝光度法测定硅量》。本部分与 GB/T 4325.12—1984 相比,主要技术变化如下:

- 将“氯化钨蓝光度法测定”修改为“电感耦合等离子体发射光谱法”;
- 测定范围调整为 0.000 2%~0.100%;
- 增加了重复性条款;
- 增加了试验报告条款。

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:金堆城钨业股份有限公司、赣州有色冶金研究所、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：胡耕科、张江峰、赵煜、马志军、杨莉、钟道国、熊晓燕。
本部分所代替标准的历次版本发布情况为：
——GB/T 4325.12—1984。

钼化学分析方法

第 12 部分：硅量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中硅量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中硅量的测定。测定范围：0.000 2%~0.100%。

2 方法提要

试料用过氧化氢、氢氧化钠分解，硝酸酸化后，在选定的条件下，用电感耦合等离子体发射光谱仪，于波长 252.411 nm 或 288.158 nm 处测量发射强度，按工作曲线法计算被测元素的质量分数。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的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)，优级纯。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)，优级纯。

3.3 氢氧化钠溶液(200 g/L)，优级纯。

3.4 三氧化钼，光谱纯。

3.5 钼酸铵，光谱纯。

3.6 硅标准贮存溶液：称取 0.106 9 g 于 900 °C 灼烧至恒重的二氧化硅(基准试剂)，置于铂坩埚中，加入 3 g 无水碳酸钠，在 900 °C 熔融后，冷却，溶于水，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μ g 硅。

3.7 硅标准溶液：移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(3.6)于 100 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 含有 10 μ g 硅。

4 仪器

等离子体发射光谱仪：分辨率 <0.006 nm (200 nm 处)。

5 分析步骤

5.1 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.2 试料

按表 1 称取试样量，精确至 0.000 1 g。