

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试样；
- 使用的标准(包括发布或出版年号)；
- 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。

GB/T 4325.16—2013



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.16—2013
代替 GB/T 4325.18—1984

钼化学分析方法 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 16: Determination of potassium content—
Flame atomic absorption spectrometry



GB/T 4325.16—2013

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 1-47312

定价： 14.00 元

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

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
第16部分：钾量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 4325.16—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 10 千字
2013年7月第一版 2013年7月第一次印刷

*
书号：155066·1-47312 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

7 分析结果的计算

钾含量以钾的质量分数 w_K 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_K = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得测定溶液中钾的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_2 ——从工作曲线上查得随同试样所做空白的钾浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

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。

表 3

钾的质量分数/%	0.001 0	0.008 7	0.017 1	0.034 0
重复性限/%	0.000 1	0.000 5	0.001 0	0.001 2

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

钾的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.002 5	0.000 6
>0.002 5~0.005 0	0.001 0
>0.005 0~0.015 0	0.001 5
>0.015~0.025	0.003
>0.025~0.060	0.005
>0.060~0.090	0.008
>0.090~0.120	0.010
>0.120~0.150	0.012

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

钾的质量分数/%	试料质量/g
0.0010~0.010	1.00
>0.010~0.15	0.10

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

称取与试料等量的钼基体(3.3),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 石英烧杯中,用少量水润湿,分次加入 6 mL~8 mL 过氧化氢(3.1),待激烈反应停止后,移至电热板上低温加热至试料完全溶解,取下,用水冲洗表面皿及杯壁,加入约 50 mL 水,加热煮沸约 10 min,以驱除过剩的过氧化氢。取下稍冷,加入 1 mL 氯化铯溶液(3.2),移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 在原子吸收光谱仪上,于波长 766.5 nm,使用空气-乙炔火焰,以加钼基体的空白调零,测量钾的吸光度。从工作曲线上查出相应的钾浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 1 试料量称取钼基体(3.3)6 份,分别置于 200 mL 石英烧杯中,按表 2 加入钾标准溶液(3.5)。以下按 6.4.1 进行。

6.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 766.5 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度。以钾浓度为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

表 2

钾的质量分数/%	0.001 0~0.010	>0.010~0.15
钾标准溶液加入量 mL	0	0
	1.00	1.00
	2.50	4.00
	5.00	8.00
	8.00	12.00
	10.00	15.00

前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》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 16 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 4325.18—1984《钼化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钾量》。本部分与 GB/T 4325.18—1984 相比,主要技术变化如下:

- 将原 5.4.1.1 的加热煮沸约 1 min 改为 6.4.1 加热煮沸约 10 min;
- 将原 5.4.1、5.4.2 取消;
- 修改了工作曲线;
- 试料空白中加入与试料等量的钼基体;
- 增加了重复性条款;
- 增加了试验报告。