



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.10—2013
代替 GB/T 4325.10—1984

GB/T 4325.10—2013

钼化学分析方法 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 10: Determination of copper content—
Flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
第 10 部分：铜量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 4325.10—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：155066·1-47306 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 4325.10—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

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确到 0.000 1 g。

表 1

铜的质量分数/%	试料质量/g
0.000 2~0.000 8	1.00
>0.000 8~0.002 0	0.50
>0.002 0~0.010 0	0.20

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

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 过氧化氢(3.3),低温加热完全溶解,加入少量水,加入 3 mL 硝酸(3.2),煮沸 1 min~2 min,取下,用水冲洗杯壁移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 将试液(6.4.1)于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,采用塞曼扣背景模式测量试液及随同试料空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的铜的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 根据试料称取钼酸铵基体(3.1)于一系列 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 过氧化氢(3.3),低温加热完全溶解,加入少量水,加入 3 mL 硝酸(3.2),煮沸 1 min~2 min,取下,移入一系列 100 mL 容量瓶中。分别移取 0 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL、2.00 mL 铜标准溶液(3.5)于各容量瓶中,加入硝酸 3 mL(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以水调零,采用塞曼扣背景模式测量系列标准溶液的吸光度,以铜的浓度为横坐标、吸光度值为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铜含量以铜的质量分数 w_{Cu} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

ρ_1 ——自工作曲线上查得的测定溶液中铜的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_2 ——自工作曲线上查得的空白溶液中铜的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

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 10 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 4325.10—1984《钼化学分析方法 新铜试剂光度法测定铜量》。本部分与 GB/T 4325.10—1984 相比,主要技术变化如下:

- 将“新铜试剂光度法”改为“火焰原子吸收光谱法”;
- 测定范围调整为 0.000 2%~0.010 0%;
- 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:金堆城钼业股份有限公司、西北有色金属研究院、赣州有色冶金研究所。

本部分主要起草人:王峰、谢明明、杨红忠、孙宝莲、杨平平、王郭亮、张江峰、陈涛。
本部分所代替标准的历次版本发布情况为:
——GB/T 4325.10—1984。

钼化学分析方法 第10部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4325的本部分规定了钼中铜量的测定方法。
本部分适用于钼粉、钼制品、三氧化钼及钼酸铵中铜量的测定。测定范围:0.000 2%~0.010 0%。

2 方法提要

试料用过氧化氢溶解。在硝酸介质中,用空气-乙炔火焰,于火焰原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处测量铜的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用水为二级水或者二级以上水。

- 3.1 钼酸铵($\geq 99.99\%$)。
- 3.2 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$),优级纯。
- 3.3 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。
- 3.4 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜($w_{\text{Cu}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 30 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铜。
- 3.5 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.4)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

4 仪器

原子吸收光谱仪,塞曼扣背景,附铜空心阴极灯。

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:在与测定试液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.016 $\mu\text{g/mL}$;
- 精密度:测量最高标准溶液 10 次,其吸光度的标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;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 0.66%;
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成 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 0.8。

5 试样

钼条应粉碎并通过 0.75 mm 标准筛网。