

表 1 精密度

单位为微克每克

成分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Mo	0.26~3.70	$r=0.336m^{0.46}$	$R=0.555m^{0.68}$
W	0.88~8.00	$r=0.028+0.247m$	$R=0.136+0.331m$

注：本精密度数据是由 8 个实验室对 9 个水平的试料进行实验确定的。

GB/T 14506.25—2010

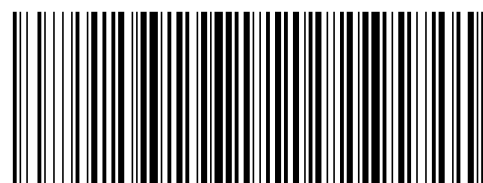


# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.25—2010  
代替 GB/T 14506.25—1993

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 25 部分：钼和钨量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 25: Determination of molybdenum and tungsten content



GB/T 14506.25—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号：155066·1-40969

定价：14.00 元

2010-11-10 发布

2011-02-01 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  
硅酸盐岩石化学分析方法  
第25部分：钼和钨量测定  
GB/T 14506.25—2010

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码：100045  
网址 www.spc.net.cn  
电话：68523946 68517548  
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  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

\*  
书号：155066·1-40969 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)68533533

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料置于石墨坩埚或高铝坩埚中，加入 3 g 过氧化钠(4.1)，搅匀，再覆盖约 1 g 过氧化钠(4.1)，加盖，放入高温炉中，升温至 700 ℃，保持 10 min，取出稍冷却。

注 1：高铝坩埚预先进行空白试验，不含有钼、钨。

注 2：也可以用 3 g 氢氧化钠(钾)(4.2)和 1 g 过氧化钠(4.1)混合熔剂熔融。

7.5.2 定容

将坩埚及盖置于 200 mL 烧杯中，加入 70 mL 沸水及 0.5 mL 无水乙醇(4.3)，盖上表面皿，立即置于小电炉上煮沸后移置于高温电热板上保持沸腾状态约 10 min 以赶走过氧化氢(注意：防止飞溅)，取下，用水吹洗表面皿，并洗出坩埚及盖，冷却后，用水移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。放置澄清。

7.5.3 分取溶液

分取 10.0 mL 上层清液(或干过滤滤液)，置于 25 mL 容量瓶中，加入 1 滴酚酞指示剂(4.11)，用硫酸(4.4)中和并过量 1 mL，冷却，依次加入 0.5 mL 苯羟乙酸溶液(4.5)、0.5 mL 辛可宁溶液(4.6)及 10 mL 氯酸钾溶液(4.7)，用水稀释至刻度，摇匀。立即进行极谱测定。

注 1：亦可用 0.1% 甲基橙指示剂。

注 2：钨含量很低时，加入 0.1 mL 辛可宁以减少辛可宁还原波对钨波的影响。

注 3：准确加入底液各组分，浓度不同程度影响钼和钨的峰高。

7.6 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钼和钨的混合标准溶液(4.10)，置于一系列 25 mL 容量瓶中，加入 5 mL 空白溶液(7.3)，以下按(7.5.3)分析步骤进行。

7.7 极谱测定

将部分溶液倾入电解池中，用示波极谱仪。常规部分测定钼，起始电位为 -0.02 V；用导数部分测定钨，起始电位为 -0.50 V。同时进行校准溶液系列的极谱测定。

注：当钼和钨量之比为 1：20 和 20：1 时，相互不干扰。

7.8 校准曲线绘制

分别以钼和钨量为横坐标，相应的峰高为纵坐标，绘制钼和钨的校准曲线。从校准曲线上查得相应的钼和钨量。

8 结果计算

8.1 计算结果以质量分数  $w(\text{Mo 或 W})$  计，数值以  $\mu\text{g/g}$  表示，按式(1)计算钼和钨量：

$$w(\text{Mo 或 W}) = \frac{m_1 V}{m V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液的钼量或钨量，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$V_1$ ——分取试料溶液体积，单位为毫升(mL)；

$V$ ——试料溶液总体积，单位为毫升(mL)；

$m$ ——试料量，单位为克(g)。

注：由于标准系列中已经加入与试料相当量的试料空白溶液，故计算结果时不需要减相应的空白。

8.2 分析结果以  $0.x \mu\text{g/g}$ 、 $x.xx \mu\text{g/g}$ 、 $xxx \mu\text{g/g}$  表示。

9 精密度

硅酸盐岩石中钼和钨量测定结果的精密度见表 1。

分取 50.0 mL 钼标准溶液[4.8a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 10.0  $\mu\text{g}$  钼;

c) 钼标准溶液(1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):

分取 50.0 mL 钼标准溶液[4.8b)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 1.0  $\mu\text{g}$  钼。

4.9 钨标准溶液:

a) 钨标准溶液(100.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):

称取 0.126 1 g 预先经 500  $^{\circ}\text{C}$  灼烧 1 h 并已于干燥器中冷却的高纯三氧化钨,置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(10%),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,立即转入干燥的塑料瓶中保存,此溶液 1 mL 含 100.0  $\mu\text{g}$  钨;

b) 钨标准溶液(10.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):

分取 50.0 mL 钨标准溶液[4.9a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 10.0  $\mu\text{g}$  钨;

c) 钨标准溶液(1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):

分取 50.0 mL 钨标准溶液[4.9b)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 1.0  $\mu\text{g}$  钨。

4.10 钼、钨混合标准溶液:分取 50.00 mL 钼标准溶液[4.8c)]和 50.00 mL 钨标准溶液[4.9c)],置于同一 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 0.10  $\mu\text{g}$  钼和 0.10  $\mu\text{g}$  钨。

4.11 酚酞乙醇溶液(5 g/L):称取 0.5 g 酚酞溶解于 100 mL 无水乙醇(4.3)中。

## 5 仪器

**警告**——应按照极谱仪仪器使用规程,在有良好通风条件并经活性炭吸附处理汞的设施中进行操作,以避免汞对环境的污染。

5.1 示波极谱仪,参比电极:饱和甘汞电极。

5.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

## 6 试样

6.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。

6.2 试样应在 105  $^{\circ}\text{C}$  预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时,按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

### 7.2 试料量

称取 0.5 g 试料。钼含量 $<0.5 \mu\text{g}/\text{g}$ ,钨含量 $<1.0 \mu\text{g}/\text{g}$ 时,称取 1 g 试料。精确至 0.1 mg。

### 7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

注:标准系列中加入与试样相当量的空白溶液,为了控制测定时的总体积为 25 mL,因此将两份空白溶液合并在同一 100 mL 容量瓶中。

### 7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

# 前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成:

- 第 1 部分:吸附水量测定;
- 第 2 部分:化合水量测定;
- 第 3 部分:二氧化硅量测定;
- 第 4 部分:三氧化二铝量测定;
- 第 5 部分:总铁量测定;
- 第 6 部分:氧化钙量测定;
- 第 7 部分:氧化镁量测定;
- 第 8 部分:二氧化钛量测定;
- 第 9 部分:五氧化二磷量测定;
- 第 10 部分:氧化锰量测定;
- 第 11 部分:氧化钾和氧化钠量测定;
- 第 12 部分:氟量测定;
- 第 13 部分:硫量测定;
- 第 14 部分:氧化亚铁量测定;
- 第 15 部分:锂量测定;
- 第 16 部分:铷量测定;
- 第 17 部分:铯量测定;
- 第 18 部分:铜量测定;
- 第 19 部分:铅量测定;
- 第 20 部分:锌量测定;
- 第 21 部分:镍和钴量测定;
- 第 22 部分:钒量测定;
- 第 23 部分:铬量测定;
- 第 24 部分:镉量测定;
- 第 25 部分:钼和钨量测定;
- 第 26 部分:钽量测定;
- 第 27 部分:铈量测定;
- 第 28 部分:16 个主次成分量测定;
- 第 29 部分:稀土等 22 个元素量测定;
- 第 30 部分:44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 25 部分。

本部分代替 GB/T 14506.25—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 硫酸-苯羟乙酸-辛可宁氯酸钾底液极谱法连续测定钼量和钨量》。

本部分与 GB/T 14506.25—1993 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件;
- 增加了警示、警告内容。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。