

ICS 77.120.99
H 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.13—2013
代替 GB/T 4325.13—1984, GB/T 4325.14—1984

GB/T 4325.13—2013

钼化学分析方法 第 13 部分:钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 13: Determination of calcium content—
Flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
第 13 部分:钙量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 4325.13—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: 155066·1-47309 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 4325.13—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

钙的质量分数/%	试料质量/g
0.000 5~0.002 0	2.00
>0.002 0~0.004 0	1.00
>0.004 0~0.008 0	0.50
>0.008 0~0.030	0.20

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 按表 1 分别称取 4 份试料(6.1)于 4 个 200 mL 石英烧杯中,加 10 mL 水,加入 5 mL 过氧化氢(3.2)摇匀,低温分解至完全溶解,加入 2.5 mL 柠檬酸(3.4)及 2 mL 盐酸(3.3),继续加热至微沸,取下用少量水吹洗表面皿及杯壁,冷却后,将溶液分别移入到 4 个 50 mL 容量瓶中。移取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL 钙标准溶液(3.6)分别加入上述容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀待测。

6.3.2 按试料(6.1)中的钼量称取相应量的钼酸铵基体(3.1)于 200 mL 石英烧杯中。按 6.3.1 分解步骤操作。冷却后移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀待测。

6.3.3 在选定的仪器工作条件下,用空气-乙炔火焰,于波长 422.7 nm,以钼基体溶液(6.3.2)调节零点,测定试液(6.3.1)的吸光度,以钙浓度为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线。用外推法求出试液中钙的浓度。

7 分析结果的计算

钙含量以钙的质量分数 w_{Ca} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{Ca} = \frac{\rho \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查的试液中钙的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,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

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 13 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 4325.13—1984《钼化学分析方法 乙二醛双(2-羟基苯胺)光度法测定钙量》和 GB/T 4325.14—1984《钼化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量》。本部分与 GB/T 4325.13—1984 和 GB/T 4325.14—1984 相比,主要技术变化如下:

- 删除了“乙二醛双(2-羟基苯胺)光度法”;
- 样品处理由 8 羟基喹啉-正丁醇萃取改为柠檬酸络合;
- 测定由氧屏蔽空气-乙炔火焰测定有机相改为空气-乙炔火焰测定水相;
- 测定范围调整为 0.000 5%~0.030%;
- 增加了重复性条款;

——增加了试验报告要求。

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:赣州有色冶金研究所、广州有色金属研究院、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人:陈涛、李智勇、钟道国、陈小兰、唐维学、熊晓燕、张殿凯。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4325.13—1984、GB/T 4325.14—1984。

钼化学分析方法 第 13 部分:钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中钙量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中钙量的测定。测定范围:0.000 5%~0.030%。

2 方法提要

试样用过氧化氢分解,加入柠檬酸,在盐酸介质中,采用标准加入法,用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪,于波长 422.7 nm 处测量钙的吸光度,计算钙量。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,所用水为去离子水。

3.1 钼酸铵($w \geq 99.99\%$)。

3.2 过氧化氢(30%),优级纯。

3.3 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$),优级纯。

3.4 柠檬酸(500 g/L),优级纯。

3.5 钙标准贮存溶液:称取 2.497 0 克碳酸钙(质量分数 $\geq 99.99\%$)(预先在 105 °C 烘 1 h,并在干燥器中冷至室温)于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 水、15 mL 盐酸(3.3),置电炉上加热至完全溶解,煮沸驱除二氧化碳,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钙。

3.6 钙标准溶液:移取 5.0 mL 钙标准贮存溶液(3.5),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。

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:在与测量溶液基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.05 $\mu\text{g/mL}$;

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%;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平均吸光度的 0.5%;

——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 0.7。

5 试样

钼条应粉碎并通过 0.75 mm 标准筛网。