



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.19—2013
代替 GB/T 4325.21—1984

GB/T 4325.19—2013

钼化学分析方法 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 19: Determination of chromium content—
Diphenylcarbazide spectrophotometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
第 19 部分：铬量的测定
二苯基碳酰二肼分光光度法
GB/T 4325.19—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 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*

书号：155066·1-47283 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 4325.19—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

5 分析步骤

5.1 试料

钨粉、钨条称取 0.100 0 g~0.500 0 g 试样；三氧化钨称取 1.000 g 试样；钨酸铵称取 2.000 g 试样。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

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(5.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 2 g 硫酸铵(3.1)、5 mL 硫酸(3.3),加热溶解。

5.4.2 用水冲洗表皿和杯壁,并稀释至 180 mL,加入 2 滴酚酞乙醇溶液(3.12),用氢氧化铵(3.5)中和至溶液刚变红,再过量 12 滴,加热至近沸,加入 5 mL 硫酸铵溶液(3.7),微沸 2 min(此时溶液 pH 为 8~9),静置 1 h,过滤,用热的洗液(3.10)洗涤烧杯 3 次,洗涤沉淀 7 次。用沸的 25 mL 硫酸(3.4)溶解沉淀于 50 mL 容量瓶中。

5.4.3 加入 2 mL 磷酸(3.6),混匀,再加 6 滴高锰酸钾溶液(3.8),混匀,于沸水浴中加热 20 min,滴加叠氮化钠溶液(3.9)至溶液红色消失(滴加间隔时间为 15 s),立即冷却,用水稀释至 40 mL 左右,混匀,加入 2 mL 二苯基碳酰二胍丙酮溶液(3.11),用水稀释至刻度,混匀。将部分溶液移入 3 cm 比色皿中。

5.4.4 以随同试料空白溶液为参比,于分光光度计波长 540 nm 测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铬量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.50 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.50 mL 铬标准溶液(3.14),分别置于一组 300 mL 烧杯中,加入 2 g 硫酸铵(3.1)。以下按 5.4.2~5.4.3 进行。

5.5.2 以试剂空白为参比,测量其吸光度。以铬量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

铬含量以铬的质量分数 w_{Cr} 计,数值以 % 表示,按式(1)进行计算:

$$w_{Cr} = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铬量,单位为克(g);

m ——试样量,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 二苯基碳酰二胍分光光度法;
- 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 19 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 4325.21—1984《钨化学分析方法 二苯基碳酰二胍光度法测定铬量》。本部分与 GB/T 4325.21—1984 相比,主要技术变化如下:

- 增加了重复性条款;
- 增加了试验报告。

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、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分主要起草人:陈国华、杨静娥、马志军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4325.21—1984。