



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.26—2013

GB/T 4325.26—2013

钼化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 26: Determination of aluminium, magnesium, calcium, vanadium, chromium,
manganese, iron, cobalt, nickel, copper, zinc, arsenic, cadmium, tin, antimony, tungsten,
lead and bismuth contents—Inductively coupled plasma mass spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
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
GB/T 4325.26—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 0.75 字数 14 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47282 定价 16.00 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 4325.26—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

- 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。
-

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 钒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 26 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：北京有色金属研究总院、宝钛集团有限公司、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分主要起草人：李艳芬、张肇瑞、童坚、刘英、罗策、钱永红、张颖。

素标准溶液(3.24)于8个100 mL塑料容量瓶中,分别准确移取1 mL钽内标溶液(3.25)于上述8个100 mL塑料容量瓶中,加入2 mL硝酸(3.1)、1 mL盐酸(3.2)、1 mL氢氟酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀,待测。此标准系列溶液浓度为1 mL含各单一待测元素分别为0 ng、5.0 ng、10.0 ng、20.0 ng、30.0 ng、40.0 ng、50.0 ng和60.0 ng。

6.6 测量

将空白试验溶液(6.3)、分析试液(6.4)与标准系列溶液(6.5)同时进行ICP-MS测定。将标准系列溶液的浓度直接输入计算机,由计算机计算并输出空白试验溶液、分析试液中待测元素的浓度。

7 分析结果的计算

按式(1)计算被测元素的质量分数,以%表示:

$$w_{Me} = \frac{(\rho_{Me} - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_{Me} ——计算机输出的分析试液中待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——计算机输出的空白试验溶液中待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——分析试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为(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2数据采用线性内插法求得。

表 2

元素	质量分数/%	重复性限/%	元素	质量分数/%	重复性限/%
铝	0.000 1~0.002 0	0.000 1	铁	0.000 1~0.002 0	0.000 1
	0.002 0~0.005 0	0.000 2		0.002 0~0.005 0	0.000 2
镁	0.000 1~0.002 0	0.000 1	钴	0.000 1~0.002 0	0.000 1
	0.002 0~0.005 0	0.000 2		0.002 0~0.005 0	0.000 1
钙	0.000 1~0.002 0	0.000 2	镍	0.000 1~0.002 0	0.000 05
	0.002 0~0.005 0	0.000 3		0.002 0~0.005 0	0.000 1
钒	0.000 1~0.002 0	0.000 1	铜	0.000 1~0.002 0	0.000 05
	0.002 0~0.005 0	0.000 1		0.002 0~0.005 0	0.000 1
铬	0.000 1~0.002 0	0.000 1	锌	0.000 1~0.002 0	0.000 05
	0.002 0~0.005 0	0.000 2		0.002 0~0.005 0	0.000 1
锰	0.000 1~0.002 0	0.000 05	砷	0.000 1~0.002 0	0.000 1
	0.002 0~0.005 0	0.000 1		0.002 0~0.005 0	0.000 2

钼化学分析方法
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

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定方法。

本部分适用于高纯钼粉、氧化钼、钼酸铵中铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定。测定范围:0.000 1%~0.005 0%。

2 方法提要

试样以逆王水和氢氟酸溶解,在盐硝混酸和氢氟酸介质中,通过氦等离子体光源激发,进行质谱测定,测定时以内标法进行校正。

3 试剂

- 3.1 硝酸(1+1,优级纯)。
- 3.2 盐酸(1+1,优级纯)。
- 3.3 氢氟酸(ρ 约为1.16 g/mL,MOS级)。
- 3.4 氢氧化钠(优级纯)。
- 3.5 氢氧化钠溶液(100 g/L):称取100 g氢氧化钠(3.4),置于150 mL烧杯中,加入水50 mL,加热至完全溶解,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液为10%氢氧化钠溶液。
- 3.6 镁标准贮存溶液:称取1.000 0 g金属镁($w_{Mg} \geq 99.99\%$),置于150 mL烧杯中,加入20 mL盐酸(3.2),加热至完全溶解,加热煮沸,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 mg镁。
- 3.7 钙标准贮存溶液:称取2.497 1 g碳酸钙($w_{CaCO_3} \geq 99.99\%$,预先在105 °C~110 °C干燥至恒重),置于300 mL烧杯中,加入20 mL水,滴加盐酸(3.2)至完全溶解,再加入10 mL盐酸(3.2),煮沸除去二氧化碳,冷却,移入1 000 mL塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg钙。
- 3.8 铬标准贮存溶液:称取3.734 9 g铬酸钾($w_{K_2CrO_4} \geq 99.99\%$,预先在105 °C烘烤1 h),置于150 mL烧杯中,加入20 mL水溶解,加入10 mL硝酸(3.1),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 mg铬。
- 3.9 铁标准贮存溶液:称取1.000 0 g金属铁($w_{Fe} \geq 99.99\%$),置于150 mL烧杯中,加入30 mL硝酸(3.1),加热溶解完全后,加热除去二氧化氮,取下冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含1 mg铁。
- 3.10 锰标准贮存溶液:称取2.747 4 g硫酸锰(优级纯),置于150 mL烧杯中,加入少量水溶解后,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 mg锰。