

ICS 77.120.99
H 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.8—2013
代替 GB/T 4325.7—1984

GB/T 4325.8—2013

钼化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 8: Determination of cobalt content—
5-CI-PADAB spectrophotometry and flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
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
GB/T 4325.8—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 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47304 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 4325.8—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

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4数据采用线性内插法求得。

表 4

| | | | | |
|----------|---------|---------|---------|---------|
| 钴的质量分数/% | 0.001 0 | 0.002 0 | 0.005 0 | 0.010 |
| 重复性限/% | 0.000 3 | 0.000 5 | 0.000 8 | 0.001 0 |

5.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表5所列允许差。

表 5

| 钴的质量分数/% | 允许差/% |
|------------------|---------|
| 0.001 0~0.002 0 | 0.000 5 |
| >0.002 0~0.005 0 | 0.000 9 |
| >0.005 0~0.010 | 0.001 2 |

6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 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《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8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 4325.7—1984《钼化学分析方法 钴试剂光度法测定钴量》。本部分与GB/T 4325.7—1984相比,主要技术变化如下:

- 测定范围调整为0.000 6%~0.010%;
- 增加了“火焰原子吸收光谱法”;
- 将“钴试剂分光光度法”中表1进行了修改;
- 补充了精密度和试验报告要求。

本部分的方法一为仲裁分析方法。

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：广州有色金属研究院、广州粤有研光电材料有限公司、赣州有色冶金研究所、北京矿冶研究总院、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分主要起草人：王津、熊晓燕、唐维学、庄艾春、王长基、刘鸿、姜求韬、高颖剑、刘廷柱、杨静娥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.7—1984。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

称取 0.50 g 试样(5.4),精确至 0.000 1 g。

5.5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.5.3 空白试验

称取与试样等量的钼基体(5.2.7),随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 将试样(5.5.1)置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 水,在不断摇动下分两次加入 5 mL 过氧化氢(5.2.1),摇匀,反应缓和后,在低温电炉上加热至完全溶解,取下稍冷后,用水吹洗表面皿及杯壁,加入 2.5 mL 柠檬酸溶液(5.2.4)及 2 mL 盐酸(5.2.2),混匀,并控制体积 20 mL~30 mL。移到电热板上低温加热煮沸 5 min~10 min,使溶液清亮。取下冷却。

5.5.4.2 将试液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.4.3 在原子吸收光谱仪上,使用空气-乙炔火焰,于波长 240.70 nm,以标准系列溶液的零点调零,测定试液的吸光度,以钴浓度为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线。从工作曲线计算得到经空白校正的钴的质量浓度。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 称取 5 份与试样等量的钼基体(5.2.7)于一组 150 mL 烧杯中,按 5.5.4.1 处理后,移入 50 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL 钴标准溶液(5.2.6),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.5.2 将标准系列溶液在原子吸收光谱仪上,使用空气-乙炔火焰,以标准系列溶液的零点调零,于 240.70 nm 波长处,测定钴的吸光度。以钴的质量浓度为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6 分析结果计算

钴含量以钴的质量分数 w_{Co} 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{Co} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 100}{m \times 10^6} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得试液中钴的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得空白试液中钴的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第 4 位。

5.7 精密度

5.7.1 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