



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.11—2013
代替 GB/T 4325.11—1984

GB/T 4325.11—2013

钼化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 11: Determination of aluminum content—
Chromazurol S spectrophotometry and inductively coupled plasma
atomic emission spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
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
GB/T 4325.11—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：155066·1-47307 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 4325.11—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

铝质量分数/%	0.005 0	0.050	0.500	1.00
重复性限/%	0.000 6	0.005	0.015	0.06

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

铝质量分数/%	允许差/%
0.005 0~0.010	0.002 0
>0.010~0.050	0.005
>0.050~0.15	0.010
>0.15~0.50	0.02
>0.50~1.00	0.06

6 试验报告

试验报告包括下列内容:

- 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11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 4325.11—1984《钼化学分析方法 铬天青S光度法测定铝量》。本部分与GB/T 4325.11—1984相比,主要技术变化如下:

- 测定范围调整为0.000 5%~1.0%;
- 增加了“电感耦合等离子体原子发射光谱法”;
- 补充了试验报告要求。

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:北京有色金属研究总院、广州有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司、宝钛

集团有限公司、西北有色金属研究院。

本部分主要起草人：墨淑敏、王长华、陈觉、潘元海、李继东、韩维儒、熊晓燕、王津、唐维学、李佗。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.11—1984。

表 3

铝的质量分数/%	试料质量/g
0.005 0~0.050	1.00
>0.050~1.00	0.10

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

称取与试料对等的铝基体(5.2.5)，随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 将试料置于 150 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入 5 mL~10 mL 过氧化氢(5.2.1)，低温加热至完全溶解。继续加热分解过氧化氢。冷却，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，补加 5 mL 硝酸(5.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。当三氧化铝用此法不易溶至澄清时，将试料置于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 5 mL 硝酸(5.2.2)和 2 mL 氢氟酸(5.2.3)，微波消解溶解样品。

5.5.4.2 检查各系统的连接，开启仪器，选择恰当的背景校正位置，然后点燃等离子体火焰，稳定 30 min。选择 237.312 nm 为铝元素的分析波长，测定空白溶液和试液(5.5.4.1)中铝的发射强度。从工作曲线上查出相应的铝的质量浓度。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 按照表 3 试料量称取铝基体(5.2.5)6 份，置于 150 mL 的烧杯中，用少量水润湿，加入 5 mL~10 mL 过氧化氢(5.2.1)低温加热溶解。溶解完全后加热分解过氧化氢，取下冷却。将溶液移至 100 mL 容量瓶中，补加 5 mL 硝酸(5.2.2)。分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 铝标准溶液(5.2.7)，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.5.2 于 237.312 nm 处测定标准溶液中铝的发射光谱强度，并以铝的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标、发射强度为纵坐标绘制工作曲线。线性相关系数优于 0.999。

5.6 分析结果的计算

铝含量以铝的质量分数 w_{Al} 计，数值以 % 表示，按式(2)计算：

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

式中：

- ρ_1 ——试液中铝的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- ρ_0 ——空白溶液中铝的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- V ——试液总体积，单位为毫升(mL)；
- m ——试料质量，单位为克(g)。

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