

ICS 77.120.99  
H 63



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.23—2013  
代替 GB/T 4325.25—1984, GB/T 4325.26—1984

GB/T 4325.23—2013

## 钼化学分析方法 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法

Methods for chemical analysis of molybdenum—  
Part 23: Determination of oxygen and nitrogen contents—  
Inert gas fusion-infrared absorption and thermal conductivity method

中华人民共和国  
国家标准  
钼化学分析方法  
第 23 部分：氧量和氮量的测定  
惰气熔融红外吸收法-热导法  
GB/T 4325.23—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: 155066·1-47288 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 4325.23—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

风吹干,称重,装入镍篮。

5.2 粉末试样装入预先称量的镍囊,称量,封口,赶走镍囊中的空气。

5.3 氧含量不大于 0.003% 的样品,检测过程中不采用任何助熔剂助熔。

5.4 处理好的试样在分析检测前不能有任何污染,检测过程中应使用干净的镊子进行夹取。

## 6 分析步骤

### 6.1 仪器准备

按仪器制造商的要求装配好所有部件,按要求连接电源、载气、动力气。根据要求更换化学试剂管和过滤装置。

### 6.2 仪器预热

仪器分析前要充分预热,使仪器的各项指标达到设定值。

### 6.3 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

### 6.4 空白检测

空白值包括坩埚和助熔剂的空白。将助熔剂放入坩埚中,平行测定 3~5 次,每次更换新坩埚,取平均值,然后进行空白补偿。氧的空白值极差不大于 0.000 2%;氮的空白值极差不大于 0.000 05%。

### 6.5 校准程序

平行测试 3~5 个标准物质/标准样品(3.10),计算这些结果的平均值,进行系统校准。平均值与标准值相符,不超出标准物质证书给定的不确定度范围。

### 6.6 试样分析

#### 6.6.1 试料

称取试样 0.05 g~0.08 g,精确到 0.000 1 g,按要求记录试料质量。

#### 6.6.2 测定次数

独立进行两次测定,取平均值。

#### 6.6.3 测定

选择优化的分析条件,将称好的试料用镍囊或镍篮包好,置于进样器中,升起机械装置,关闭炉门,开始检测。由仪器自动显示测定结果。在连续检测过程中,将标准物质/标准样品(3.10)间隔插入,用于监控是否有漂移和验证最初的有效性。记录或打印分析结果。

## 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,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按照表 1 数据采用线性

## 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 23 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 4325.25—1984《钼化学分析方法 惰气熔融库仑滴定法测定氧量》和 GB/T 4325.26—1984《钼化学分析方法 奈氏试剂光度法测定氮量》。本部分与 GB/T 4325.25—1984 和 GB/T 4325.26—1984 相比,主要技术变化如下:

- 将测定氧的方法由“惰气熔融库仑滴定法”改为“惰性气体熔融红外检测法”;
- 将测定氮的方法由“奈氏试剂光度法”改为“惰性气体熔融红外热导检测法”;
- 采用了钼中氧、氮同时测定的方法;
- 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：西北有色金属研究院、广州有色金属研究院、金堆城钼业股份有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司。

本部分主要起草人：李波、王辉、石新层、郑伟、庄艾春、谢明明、陈凤群、高晓莉、肖红新、任忆琪、李红、韩莉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.25—1984、GB/T 4325.26—1984。

## 钼化学分析方法 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法

### 1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了惰气熔融红外吸收法-热导法同时测定钼中的氧量和氮量。

本部分适用于钼中氧量和氮量的测定。测定范围：氧 0.000 5%~1.00%；氮 0.000 5%~0.020%。

### 2 方法提要

将试料与助熔剂加入石墨坩埚，在惰性气体（氮气）保护下加热熔融，其中氧与坩埚中碳结合形成 CO，氮以 N<sub>2</sub> 形式释放。CO 被部分氧化成 CO<sub>2</sub>，CO<sub>2</sub> 和剩余的 CO 随载气流进入红外检测器，检测器输出信号，计算系统根据样品质量计算氧含量，结果以百分含量显示。气路中的 CO、CO<sub>2</sub> 分别被吸收分离，剩余氮气随载气（氮气）进入热导检测器，检测器输出信号，计算系统根据样品质量计算氮含量，结果以百分含量显示。

### 3 试剂与材料

- 3.1 丙酮。
- 3.2 石墨坩埚：光谱纯。
- 3.3 镍囊（厚度≤0.05 mm， $w_{\text{O}} \leq 0.001\%$ ， $w_{\text{N}} \leq 0.000\ 08\%$ ）。
- 3.4 镍篮（ $w_{\text{O}} \leq 0.000\ 5\%$ ， $w_{\text{N}} \leq 0.000\ 05\%$ ）。
- 3.5 高氯酸镁。
- 3.6 碱石棉。
- 3.7 稀土氧化铜。
- 3.8 纯铜丝。
- 3.9 氮气，体积分数不小于 99.99%。
- 3.10 标准物质/标准样品：材质应与未知样品相近，且氧/氮含量略高于未知样品中的氧/氮含量。

### 4 仪器装置

- 4.1 惰性气体熔融红外-热导检测系统，包括一个电极炉、载气净化及分析气流转化系统、一氧化碳红外检测器和二氧化碳红外检测器、氮热导检测器、电脑及软件控制系统。
- 4.2 氮气瓶和调压器。
- 4.3 天平：分度值 0.1 mg。
- 4.4 坩埚钳。

### 5 试样

- 5.1 块状试样在砂轮机上打磨其表面，加工成质量为 0.05 g~0.08 g 的颗粒，经丙酮清洗，取出后冷