



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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，通过氩等离子体光源激发，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($w_{\text{Mg}} \geq 99.99\%$),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($w_{\text{CaCO}_3} \geq 99.99\%$,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($w_{\text{K}_2\text{CrO}_4} \geq 99.99\%$,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($w_{\text{Fe}} \geq 99.99\%$),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。