



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.16—2013
代替 GB/T 4325.18—1984

钼化学分析方法 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 16: Determination of potassium content—
Flame atomic absorption 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钼化学分析方法
第 16 部分：钾量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 4325.16—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.gb168.cn

服务热线：010-51780168

010-68522006

2013 年 7 月第一版

*

书号：155066·1-47312

版权专有 侵权必究

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 16 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 4325.18—1984《钼化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钾量》。本部分与 GB/T 4325.18—1984 相比，主要技术变化如下：

- 将原 5.4.1.1 的加热煮沸约 1 min 改为 6.4.1 加热煮沸约 10 min；
- 将原 5.4.1、5.4.2 取消；
- 修改了工作曲线；
- 试料空白中加入与试料等量的钼基体；
- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告。

GB/T 4325.16—2013

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:洛阳栾川钼业集团股份有限公司、北京有色金属研究总院、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分主要起草人:陈凤群、田永红、李满芝、程紫辉、黄春贺、易建波、陈福室。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4325.18—1984。

钼化学分析方法

第 16 部分:钾量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼粉、钼条、三氧化钼及钼酸铵中钾量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼及钼酸铵中钾量的测定。测定范围:0.001 0%~0.150%。

2 方法提要

试料用过氧化氢分解,用氯化铯作消电离剂,用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪,于波长 766.5 nm 处,在基体匹配条件下测量钾的吸光度,计算钾量。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的优级纯试剂,所用水为二次蒸馏水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 的规定。

3.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

3.2 氯化铯溶液(25 g/L)。

3.3 钼基体:应用试料性质基本相同,钾含量不超过 0.000 3%。

3.4 钾标准贮存溶液:称取 0.190 7 g 预先经 550 °C 煅烧过的氯化钾($w_{\text{KCl}}\geq 99.9\%$),置于石英烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钾。转入干燥塑料瓶中贮存。

3.5 钾标准溶液:移取 10.00 mL 钾标准贮存溶液(3.4),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钾。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钾空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,钾的特征质量浓度不大于 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$;

——精密度:测量最高标准溶液 10 次,其吸光度的标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零浓度”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%;

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分为 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

5 试样

钼条应粉碎并通过 0.75 mm 标准筛网。