



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.8—2013
代替 GB/T 4325.7—1984

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-Cl-PADAB spectrophotometry and 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

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。

GB/T 4325.8—2013

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。

钼化学分析方法

第 8 部分: 钼量的测定

钼试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中钼量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼及钼酸铵中钼量的测定。方法一测定范围: 0.000 6% ~ 0.010%; 方法二测定范围: 0.001 0% ~ 0.010%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(ISO 1042)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(ISO 648)

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原则(ISO 384)

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法(ISO 4787)

3 总则

3.1 除非另有说明, 在分析中仅使用确认的分析纯试剂; 所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水, 应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内, 其性能应达到检定要求的技术参数指标; 玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 中规定的 A 级, 具体使用方法参照 GB/T 12810 的要求。

4 方法一 钼试剂分光光度法

4.1 方法提要

试料以过氧化氢或氢氧化钠溶液分解, 用酒石酸钾钠络合主体钼, 钼试剂在 pH6~7 的磷酸盐缓冲溶液中与钼形成橙红色络合物, 在磷酸介质中, 测量其吸光度。

4.2 试剂

4.2.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL), 优级纯。

4.2.2 硝酸(1+1)。

4.2.3 硫酸(1+1)。

4.2.4 磷酸($\rho=1.70$ g/mL), 优级纯。

4.2.5 氢氧化钠溶液(200 g/L), 优级纯。