



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.14—2013

代替 GB/T 4325.15—1984, GB/T 4325.16—1984

钼化学分析方法 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 14: Determination of magnesium 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

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 14 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 4325.15《钼化学分析方法 偶氮氯膦 I 光度法测定镁量》和 GB/T 4325.16—1984《钼化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镁量》。本部分与 GB/T 4325.15 和 GB/T 4325.16—1984 相比，主要技术变化如下：

- 样品分解由硝酸-盐酸混合酸改为过氧化氢，盐酸；
- 测定范围调整为 0.000 2%~0.010%；
- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告要求。

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 4325.14—2013

本部分起草单位：赣州有色冶金研究所、北京矿冶研究研究院、西部金属材料股份有限公司。

本部分主要起草人：李智勇、陈涛、钟道国、姜求韬、李佗、杨军红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.15—1984、GB/T 4325.16—1984。

钼化学分析方法

第 14 部分: 镁量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中镁量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中镁量的测定。测定范围: 0.000 2%~0.010%。

2 方法提要

试样用过氧化氢分解。在盐酸介质中, 采用标准加入法, 用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪, 于波长 285.2 nm 处测量镁的吸光度, 计算镁量。

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分析纯试剂, 所用水为去离子水。

3.1 钼酸铵($w_{\text{Mg}} < 0.000 1\%$)。

3.2 过氧化氢(30%), 优级纯。

3.3 盐酸($\rho = 1.18 \text{ g/mL}$), 优级纯。

3.4 柠檬酸溶液(200 g/L), 优级纯。

3.5 镁标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属镁($w_{\text{Mg}} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中, 加入 30 mL 水、10 mL 盐酸(3.3), 加热至完全溶解, 冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此标准溶液每毫升含 100 μg 镁。

3.6 镁标准溶液: 移取 10.0 mL 镁标准贮存溶液(3.5), 置于 500 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸(3.3), 用水稀释至刻度, 混匀。此标准溶液每毫升含 2.0 μg 镁。

4 仪器

原子吸收光谱仪, 附镁空心阴极灯。

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: 在与测量溶液基体相一致的溶液中, 镁的特征浓度应不大于 0.01 $\mu\text{g/mL}$;

——精密度: 用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度, 其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%; 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平均吸光度的 0.5%;

——工作曲线线性: 将工作曲线按浓度等分成 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。