



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.28—2012  
代替 GB/T 4324.28—1984

## 钨化学分析方法 第 28 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten—  
Part 28: Determination of molybdenum content—  
The thiocyanate spectrophotometry

2012-12-31 发布

2013-10-01 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  
钨化学分析方法  
第 28 部分：钼量的测定  
硫氰酸盐分光光度法  
GB/T 4324.28—2012

\*

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](http://www.gb168.cn)

服务热线: 010-68522006

2013 年 5 月第一版

\*

书号: 155066 · 1-47190

版权专有 侵权必究

## 前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法；
- 第 9 部分：镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱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 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法；
- 第 15 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 16 部分：灼烧损失量的测定 重量法；
- 第 17 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 22 部分：锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法；
- 第 24 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法；
- 第 27 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 28 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 28 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 4324.28—1984《钨化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钨量》。本部分与 GB/T 4324.28—1984 相比，主要技术变化如下：

- 工作曲线部分增加了适用于钨量 $>0.008\%$ ~ $0.020\%$ 的试料的工作曲线绘制；
- 对于钨量在 $>0.008\%$ ~ $0.020\%$ 范围的试液采用 2 cm 吸收皿测量吸光度；
- 取消了原稿中酚酞乙醇溶液的配制。

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 4324.28—2012**

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、赣州有色冶金研究所、厦门金鹭特种合金有限公司。

本部分主要起草人：童坚、周新华、佟伶、刘红英、黄晓汀、张江峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.28—1984。

# 钨化学分析方法

## 第 28 部分:钼量的测定

### 硫氰酸盐分光光度法

#### 1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、钨酸、仲钨酸铵中钼量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、钨酸、仲钨酸铵中钼量的测定。测定范围为 0.001 5%~0.35%。

#### 2 方法提要

试料用过氧化氢或氢氧化钠溶解,以柠檬酸络合基体钨。在硫酸介质中,以硫酸铁为催化剂,用抗坏血酸还原钼(VI)为钼(V),使钼与硫氰酸盐形成有色络合物,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。

#### 3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 柠檬酸。
- 3.2 乙酸正丁酯。
- 3.3 过氧化氢( $\rho=1.10$  g/mL)。
- 3.4 硫酸(1+1)。
- 3.5 硫酸(1+24)。
- 3.6 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 3.7 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。
- 3.8 抗坏血酸溶液(100 g/L),用时现配。
- 3.9 硫酸铁溶液:称取 0.100 0 g 金属铁,置于烧杯中,加 15 mL 硫酸(3.5),加热完全溶解,冷却,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  $\mu$ g 铁。
- 3.10 钼标准贮存溶液:称取 1.839 8 g 钼酸铵于烧杯中,以少量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu$ g 钼。
- 3.11 钼标准溶液 A:移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液(3.10)置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50  $\mu$ g 钼。
- 3.12 钼标准溶液 B:移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液(3.11)置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu$ g 钼。

#### 4 仪器

分光光度计。