



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.13—2013

代替 GB/T 4325.13—1984, GB/T 4325.14—1984

---

## 钼化学分析方法 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—  
Part 13: Determination of calcium 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 的第 13 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 4325.13—1984《钼化学分析方法 乙二醛双(2-羟基苯胺)光度法测定钙量》和 GB/T 4325.14—1984《钼化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量》。本部分与 GB/T 4325.13—1984 和 GB/T 4325.14—1984 相比,主要技术变化如下：

- 删除了“乙二醛双(2-羟基苯胺)光度法”；
- 样品处理由 8 羟基喹啉-正丁醇萃取改为柠檬酸络合；
- 测定由氧屏蔽空气-乙炔火焰测定有机相改为空气-乙炔火焰测定水相；
- 测定范围调整为 0.000 5%~0.030%；
- 增加了重复性条款；

**GB/T 4325.13—2013**

——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。

本部分起草单位:赣州有色冶金研究所、广州有色金属研究院、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人:陈涛、李智勇、钟道国、陈小兰、唐维学、熊晓燕、张殿凯。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4325.13—1984、GB/T 4325.14—1984。

# 钼化学分析方法

## 第 13 部分:钙量的测定

### 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中钙量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中钙量的测定。测定范围:0.000 5%~0.030%。

#### 2 方法提要

试样用过氧化氢分解,加入柠檬酸,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 422.7 nm 处测量钙的吸光度,计算钙量。

#### 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( $w \geq 99.99\%$ )。

3.2 过氧化氢(30%),优级纯。

3.3 盐酸( $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ),优级纯。

3.4 柠檬酸(500 g/L),优级纯。

3.5 钙标准贮存溶液:称取 2.497 0 克碳酸钙(质量分数  $\geq 99.99\%$ )(预先在 105 °C 烘 1 h,并在干燥器中冷至室温)于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 水、15 mL 盐酸(3.3),置电炉上加热至完全溶解,煮沸驱除二氧化碳,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 1.0 mg 钙。

3.6 钙标准溶液:移取 5.0 mL 钙标准贮存溶液(3.5),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  钙。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。

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,钙的特征浓度应不大于 0.05  $\mu\text{g/mL}$ ;

——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。