ICS 73.080
D 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.25—2010
代替 GB/T 14506.25—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第25部分:钼和钨量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—Part 25:Determination of molybdenum and tungsten content

2010-11-10 发布　　2011-02-01 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
硅酸盐岩石化学分析方法
第 25 部分:钼和钨量测定
GB/T 14506.25—2010
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷
*
书号:155066·1-40969

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前　言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下30部分组成：

——第1部分：吸附水量测定；

——第2部分：化合水量测定；

——第3部分：二氧化硅量测定；

——第4部分：三氧化二铝量测定；

——第5部分：总铁量测定；

——第6部分：氧化钙量测定；

——第7部分：氧化镁量测定；

——第8部分：二氧化钛量测定；

——第9部分：五氧化二磷量测定；

——第10部分：氧化锰量测定；

——第11部分：氧化钾和氧化钠量测定；

——第12部分：氟量测定；

——第13部分：硫量测定；

——第14部分：氧化亚铁量测定；

——第15部分：锂量测定；

——第16部分：铷量测定；

——第17部分：锶量测定；

——第18部分：铜量测定；

——第19部分：铅量测定；

——第20部分：锌量测定；

——第21部分：镍和钴量测定；

——第22部分：钒量测定；

——第23部分：铬量测定；

——第24部分：镉量测定；

——第25部分：钼和钨量测定；

——第26部分：钴量测定；

——第27部分：镍量测定；

——第28部分：16个主次成分量测定；

——第29部分：稀土等22个元素量测定；

——第30部分：44个元素量测定。

本部分为GB/T 14506的第25部分。

本部分代替GB/T 14506.25—1993《硅酸盐岩石化学分析方法　硫酸-苯羟乙酸-辛可宁氯酸钾底液极谱法连续测定钼量和钨量》。

本部分与GB/T 14506.25—1993相比主要变化如下：

——增加了规范性引用文件；

——增加了警示、警告内容。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人:王苏明、颜茂弘。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 14506.25—1993。

硅酸盐岩石化学分析方法
第25部分:钼和钨量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506的本部分规定了硅酸盐岩石中钼和钨量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中钼和钨量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中钼和钨量的测定。

测定范围:0.25 μg/g～10 μg/g的钼量,0.50 μg/g～20 μg/g的钨量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 14506的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第1部分:吸附水量测定

3 原理

试料用过氧化钠熔融,在硫酸-苯羟乙酸-辛可宁-2.4%氯酸钾底液中,钼和钨均能产生灵敏的极谱催化波,在示波极谱仪上,峰电位为－0.28 V和－0.76 V(对饱和甘汞电极),常规部分和导数部分分别测定钼和钨,峰高与钼和钨浓度呈线性关系,计算钼和钨量。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合GB/T 6682的分析实验室用水。

4.1 过氧化钠。

4.2 氢氧化钠(钾)。

4.3 无水乙醇。

4.4 硫酸(1＋1),优级纯。**警告——不当的稀释易发生危险!**

4.5 苯羟乙酸溶液(100 g/L)。

4.6 辛可宁溶液(4 g/L):称取0.4 g辛可宁,置于150 mL烧杯中,加入20 mL水,滴加硫酸(4.4)数滴助溶,用水移入100 mL容量瓶中并稀释至刻度,摇匀。

4.7 氯酸钾溶液(60 g/L)。

4.8 钼标准溶液:

a) 钼标准溶液(100.0 μg/mL):

称取0.150 0 g预先经500 ℃灼烧1 h并已于干燥器中冷却的高纯三氯化钼,置于150 mL烧杯中,加入10 mL氢氧化钠溶液(100 g/L),溶解后用硫酸(4.4)中和并过量1 mL,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液1 mL含100.0 μg钼;

b) 钼标准溶液(10.0 μg/mL):

分取 50.0 mL 钼标准溶液[4.8a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL含 10.0 μg 钼;

c) 钼标准溶液(1.00 μg/mL):

分取 50.0 mL 钼标准溶液[4.8b)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL含 1.0 μg 钼。

4.9 钨标准溶液:

a) 钨标准溶液(100.0 μg/mL):

称取 0.126 1 g 预先经 500 ℃灼烧 1 h 并已于干燥器中冷却的高纯三氧化钨,置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(10%),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,立即转入干燥的塑料瓶中保存,此溶液 1 mL 含 100.0 μg 钨;

b) 钨标准溶液(10.0 μg/mL):

分取 50.0 mL 钨标准溶液[4.9a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL含 10.0 μg 钨;

c) 钨标准溶液(1.0 μg/mL):

分取 50.0 mL 钨标准溶液[4.9b)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL含 1.0 μg 钨。

4.10 钼、钨混合标准溶液:分取 50.00 mL 钼标准溶液[4.8c)]和 50.00 mL 钨标准溶液[4.9c)],置于同一 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 0.10 μg 钼和 0.10 μg 钨。

4.11 酚酞乙醇溶液(5 g/L):称取 0.5 g 酚酞溶解于 100 mL 无水乙醇(4.3)中。

5 仪器

警告——应按照极谱仪仪器使用规程,在有良好通风条件并经活性炭吸附处理汞的设施中进行操作,以避免汞对环境的污染。

5.1 示波极谱仪,参比电极:饱和甘汞电极。

5.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

6.1 试样粒径应小于 74 μm。

6.2 试样应在 105 ℃预干燥 2 h～4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时,按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

称取 0.5 g 试料。钼含量<0.5 μg/g,钨含量<1.0 μg/g 时,称取 1 g 试料。精确至 0.1 mg。

7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

注:标准系列中加入与试样相当量的空白溶液,为了控制测定时的总体积为 25 mL,因此将两份空白溶液合并在同一 100 mL 容量瓶中。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料置于石墨坩埚或高铝坩埚中，加入 3 g 过氧化钠(4.1)，搅匀，再覆盖约 1 g 过氧化钠(4.1)，加盖，放入高温炉中，升温至 700 ℃，保持 10 min，取出稍冷却。

注 1：高铝坩埚预先进行空白试验，不含有钼、钨。

注 2：也可以用 3 g 氢氧化钠(钾)(4.2)和 1 g 过氧化钠(4.1)混合熔剂熔融。

7.5.2 定容

将坩埚及盖置于 200 mL 烧杯中，加入 70 mL 沸水及 0.5 mL 无水乙醇(4.3)，盖上表面皿，立即置于小电炉上煮沸后移置于高温电热板上保持沸腾状态约 10 min 以赶尽过氧化氢(注意：防止跳溅)，取下，用水吹洗表面皿，并洗出坩埚及盖，冷却后，用水移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。放置澄清。

7.5.3 分取溶液

分取 10.0 mL 上层清液(或干过滤滤液)，置于 25 mL 容量瓶中，加入 1 滴酚酞指示剂(4.11)，用硫酸(4.4)中和并过量 1 mL，冷却，依次加入 0.5 mL 苯羟乙酸溶液(4.5)、0.5 mL 辛可宁溶液(4.6)及 10 mL氯酸钾溶液(4.7)，用水稀释至刻度，摇匀。立即进行极谱测定。

注 1：亦可用 0.1%甲基橙指示剂。

注 2：钨含量很低时，加入 0.1 mL 辛可宁以减少辛可宁还原波对钨波的影响。

注 3：准确加入底液各组分，浓度不同程度影响钼和钨的峰高。

7.6 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钼和钨的混合标准溶液(4.10)，置于一系列 25 mL 容量瓶中，加入 5 mL 空白溶液(7.3)，以下按(7.5.3)分析步骤进行。

7.7 极谱测定

将部分溶液倾入电解池中，用示波极谱仪。常规部分测定钼，起始电位为－0.02 V；用导数部分测定钨，起始电位为－0.50 V。同时进行校准溶液系列的极谱测定。

注：当钼和钨量之比为 1∶20 和 20∶1 时，相互不干扰。

7.8 校准曲线绘制

分别以钼和钨量为横坐标，相应的峰高为纵坐标，绘制钼和钨的校准曲线。从校准曲线上查得相应的钼和钨量。

8 结果计算

8.1 计算结果以质量分数 w(Mo 或 W)计，数值以 μg/g 表示，按式(1)计算钼和钨量：

$$w(\text{Mo 或 W}) = \frac{m_1 V}{m V_1} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

m_1——从校准曲线上查得试料溶液的钼量或钨量，单位为微克(μg)；

V_1——分取试料溶液体积，单位为毫升(mL)；

V——试料溶液总体积，单位为毫升(mL)；

m——试料量，单位为克(g)。

注：由于标准系列中已经加入与试料相当量的试料空白溶液，故计算结果时不需要减相应的空白。

8.2 分析结果以 0.x μg/g、x.xx μg/g、xxx μg/g 表示。

9 精密度

硅酸盐岩石中钼和钨量测定结果的精密度见表 1。

表 1　精密度

单位为微克每克

成分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Mo	0.26～3.70	$r=0.336m^{0.46}$	$R=0.555m^{0.68}$
W	0.88～8.00	$r=0.028+0.247m$	$R=0.136+0.331m$
注：本精密度数据是由 8 个实验室对 9 个水平的试料进行实验确定的。			

GB/T 14506.25-2010

版权专有　侵权必究

*

书号：155066・1-40969