



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.19—2013
代替 GB/T 4325.21—1984

钼化学分析方法 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二胍分光光度法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 19: Determination of chromium content—
Diphenylcarbazine spectrophotometry

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 钽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 19 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 4325.21—1984《钼化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量》。本部分与 GB/T 4325.21—1984 相比，主要技术变化如下：

- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告。

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：金堆城钼业股份有限公司、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分主要起草人：陈国华、杨静娥、马志军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4325.21—1984。

钼化学分析方法

第 19 部分:铬量的测定

二苯基碳酰二肼分光光度法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中铬量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中铬量的测定。测定范围为 0.000 20%~0.015%。

2 方法提要

试样用硫酸、硫酸铵分解,以氢氧化钼作载体,在 pH 8~9 共沉淀铬,与钼分离。沉淀用硫酸溶解,加二苯基碳酰二肼与铬形成紫红色络合物,测定其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 硫酸铵(优级纯)。
- 3.2 无水亚硫酸钠。
- 3.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。
- 3.4 硫酸(1 mol/L)。
- 3.5 氢氧化铵($\rho=0.90$ g/mL),超纯。
- 3.6 磷酸(1+1)。
- 3.7 硫酸钼溶液(20 g/L)。
- 3.8 高锰酸钾溶液(3 g/L)。
- 3.9 叠氮化钠溶液(50 g/L):5 g 叠氮化钠溶于 100 mL 水中。
- 3.10 洗液:硫酸铵溶液(10 g/L),用氢氧化铵(3.5)碱化至 pH 8~9。
- 3.11 二苯基碳酰二肼丙酮溶液(5 g/L),用时配制。
- 3.12 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。
- 3.13 铬标准贮存溶液:称取 0.226 3 g 预先于 140 °C~150 °C 烘干的重铬酸钾,溶于水中,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 80 μ g 铬。
- 3.14 铬标准溶液:移取 5.00 mL 铬标准贮存溶液(3.13),置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水、5 mL 硫酸(3.3)、数粒(约 3 mg)无水亚硫酸钠(3.2),煮沸赶走二氧化硫,冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μ g 铬。

4 试样

钼条应粉碎并通过 0.75 mm 标准筛网。