

UDC 631.89 : 543.08
G 20



中华人民共和国国家标准

GB/T 14540.1—93

复混肥料中钼的测定方法 硫氰酸钠分光光度法

Determination of molybdenum content for compound
fertilizers—Thiocyanate spectrophotometric method

1993-12-30 发布

1994-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

复混肥料中钼的测定方法 硫氰酸钠分光光度法

GB/T 14540.1—93

Determination of molybdenum content for compound fertilizers—Thiocyanate spectrophotometric method

1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定钼含量的硫氰酸钠分光光度法。
本标准适用于复混肥料中 0.004%~0.75%钼(Mo)含量的测定。

2 引用标准

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB 8571 复混肥料 实验室样品制备

3 原理

试样经水或者王水提取后,在酸性介质中,用氯化亚锡将试样中的六价钼还原成五价钼,五价钼与硫氰酸根离子等反应生成橙红色配合物,在波长 460nm 处测定其吸光度。

4 试剂和材料

分析方法中,除特殊规定外,均应使用分析纯试剂,使用的水应符合 GB 6682 中三级水要求。

- 4.1 盐酸(GB 622);
- 4.2 高氯酸(GB 623);
- 4.3 硝酸(GB 626);
- 4.4 盐酸(GB 622):1+5 溶液;
- 4.5 硫酸(GB 625):1+1 溶液;
- 4.6 硫酸铁[$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$]:50g/L 溶液。称取 5g 硫酸铁,溶于适量水和约 10mL 硫酸(4.5)中,加热溶解后,用水稀释至 100mL,摇匀;
- 4.7 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, GB 638):100g/L 溶液。称取 100g 氯化亚锡,置于盛有 400mL(1+1)盐酸溶液的烧杯中,加热溶解后,转移到 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,再加少量锡粒,置于棕色瓶中保存;
- 4.8 硫氰酸钠(GB 1268):100g/L 溶液;
- 4.9 钼标准溶液:1mL 溶液含有 1mgMo。称取 0.1500g 三氧化钼(MoO_3 , 高纯试剂,使用前至少在硫酸干燥器中,干燥 24h 以上),精确至 0.000 1g,用少量水润湿后,加入 0.5g 氢氧化钠(GB 629)使其溶解,然后转移到 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,置于棕色瓶中保存;
- 4.10 钼标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mgMo。将一定量钼标准溶液(4.9)准确稀释 10 倍,使用时现配。

国家技术监督局 1993-12-30 批准

1994-10-01 实施

5 仪器、设备

通常实验室仪器、设备和

5.1 分光光度计:带有光程为 1cm 的吸收池;

5.2 振荡器:35~40r/min 上下旋转式振荡器,或其他相同效果的水平往复式振荡器。

6 样品的制备

按 GB 8571 制备样品。

7 分析步骤

7.1 试验溶液的制备

7.1.1 总钼试验溶液的制备:称取 1~5g 试样(预计试样中含钼在 0.1~7.5mg),精确至 0.001g,置于 250mL 烧杯中,加入 30mL 盐酸(4.1)和 10mL 硝酸,盖上表面皿,放在电热板上煮沸 30min 后,移开表面皿,徐徐加热蒸发干涸,再加入 5mL 盐酸溶液(4.4),煮沸 5min,冷却后定量转移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。弃去最初几毫升滤液后,保留滤液,作为测定总钼的试液。

7.1.2 水溶性钼试验溶液的制备:称取 1~5g 试样(预计试样中含钼 0.2~15mg),精确至 0.001g,置于 500mL 的容量瓶中,加入约 350mL 的水,在振荡器上振荡 30min,加水至刻度,摇匀,干过滤。弃去最初几毫升滤液后,保留滤液,作为测定水溶性钼试液。

注:在制备试样溶液的时候,若有妨碍比色的有机物时,应预先准确吸取一定量滤液,用少量的硫酸及硝酸分解后,再用作测定。

7.2 空白试验溶液的制备

按第 7.1 条中规定的试验步骤,除不加试样外,用相同试剂、溶液、用量,分别制备总钼空白试验溶液或者水溶性钼空白试验溶液。

7.3 工作曲线的绘制

按表 1 所示,分别吸取钼标准溶液(4.10),置于 6 个 100mL 容量瓶。

表 1

钼标准溶液(4.10)体积, mL	相应钼含量, μg
0	0
1.0	100
1.5	150
2.0	200
2.5	250
3.0	300

于各容量瓶中加入一定量水,使溶液体积约 50mL,再加入 5mL 硫酸溶液(4.5),5mL 高氯酸及 2mL 硫酸铁溶液,摇匀,然后边摇混边缓慢地加入 16mL 硫氰酸钠溶液,10mL 氯化亚锡溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 1h。用 1cm 吸收池,在波长 460nm 处,以零标准溶液为参比,将分光光度计的吸光度调整到零后,依次测定标准溶液的吸光度。

显色溶液放置 1h 后,还至少可稳定 1h,测定应在此期间进行。

以表 1 中标准溶液的钼含量(μg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7.4 测定

吸取 10.0mL 总钼试验溶液(7.1.1)或者水溶性钼试验溶液(7.1.2)置于 100mL 容量瓶中(当样品

中钼含量低于 0.01% 时,吸取 25.0mL 总钼试验溶液(7.1.1)或者水溶性钼试验溶液(7.1.2)以下按第 7.3 条规定的操作步骤,从“于各容量瓶中加入一定量水,……”开始,直至“测定溶液的吸光度”为止完成测定。

按照上述步骤,同时进行空白试验。

注:如溶液浑浊(浑浊由硫氰酸亚铜引起),可放置 1h,用离心机使之澄清,取清液测定吸光度。

8 分析结果的表述

钼(Mo)含量 x ,以质量百分数(%)表示,按式(1)计算:

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

$$= \frac{(m_1 - m_2) V \times 10^{-4}}{m \cdot V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——根据试验溶液所测吸光度,从工作曲线上查得的钼质量, μg ;

m_2 ——根据空白试验溶液所测吸光度,从工作曲线上查得的钼质量, μg ;

m ——称取试样的质量, g ;

V_1 ——测定时,所取试验溶液的体积, mL ;

V ——试验溶液的总体积, mL 。

9 允许差

9.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

9.2 平行测定结果的绝对差值应符合表 2 要求:

表 2

钼 含 量 $\%(\frac{m}{m})\text{Mo}$	绝 对 差 值 $\%(\frac{m}{m})\text{Mo}$
0.004~0.010	≤ 0.002
>0.010~0.100	≤ 0.008
>0.100~0.750	≤ 0.040

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人谢瑞铭、李日明、张文伟。

本标准参照采用日本农林省农业技术研究所《肥料分析方法》(1982)。