



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.20—2012
代替 GB/T 4324.20—1984

钨化学分析方法 第 20 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 20: Determination of vanadium content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

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 20 部分:钒量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 4324.20—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.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 9 千字
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47182 定价 14.00 元

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)68510107

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：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为GB/T 4324的第20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 4324.20—1984《钨化学分析方法 钽试剂光度法测定钒量》。本部分与GB/T 4324.20—1984相比，主要有如下变动：

- 改用电感耦合等离子体发射光谱法测定钒量；
- 标准适用测定的样品种类中增加了碳化钨、蓝钨、偏钨酸铵；
- 测定范围改为0.000 2%~0.01%。

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:北京有色金属研究总院、广州有色金属研究总院、厦门金鹭特种材料有限公司。

本部分主要起草人:李娜、陈彩霞、张卓、庄艾春、王津、熊晓燕、张淑彬、庄莹莹。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.20—1984。

钨化学分析方法

第20部分：钒量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T4324的本部分规定了钨粉、钨条、碳化钨、三氧化钨、蓝钨、紫钨、偏钨酸铵、仲钨酸铵中钒量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、碳化钨、三氧化钨、蓝钨、紫钨、偏钨酸铵、仲钨酸铵中钒量的测定。测定范围为0.000 2%~0.01%。

2 方法提要

试料用过氧化氢、氨水溶解，以盐酸析出钨酸分离基体。使用电感耦合等离子体发射光谱仪于推荐的分析线波长处测量试液中钒的发射强度，由工作曲线法得到钒的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

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 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。

3.2 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)，MOS级。

3.3 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

3.4 盐酸(1+19)。

3.5 钒标准贮存溶液：准确称取0.1785 g五氧化二钒[$w(\text{V}_2\text{O}_5)>99.9\%$]，加入2 mL氢氧化钠溶液(200 g/L)，加热至完全溶解。加入10 mL硫酸(1+3)酸化，滴加数滴硝酸($\rho=1.14\text{ g/mL}$)蒸发至冒白烟，取下。稍冷，用少量水冲洗表面皿及杯壁，再次冒硫酸烟，驱尽硝酸。稍冷，移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含有1 mg钒。

3.6 钒标准溶液A：移取10.00 mL钒标准贮存溶液(3.5)，置于100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg 钒。

3.7 钒标准溶液B：移取10.00 mL钒标准溶液(3.6)，置于100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸(3.3)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg 钒。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体光谱仪，分辨率 $<0.006\text{ nm}$ (200 nm处)。

4.2 推荐的钒分析线波长为292.401 nm。

4.3 钒检出限为0.016 $\mu\text{g/mL}$ ，测定限为0.080 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.4 钒的最大质量浓度溶液连续测量5次，其发射光绝对强度的相对标准偏差应小于1%。

4.5 工作曲线的线性，其相关系数应大于0.999。

5 试样

5.1 钨条试样需粉碎并过 0.125 mm 筛。

5.2 细颗粒碳化钨平均粒度为 $1\ \mu\text{m}\sim 3\ \mu\text{m}$ ，中颗粒碳化钨平均粒度为 $3\ \mu\text{m}\sim 9\ \mu\text{m}$ ，大颗粒碳化钨平均粒度为大于 $9\ \mu\text{m}$ 。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。

表 1

钨的质量分数/%	称样量/g	定容体积/mL
0.000 2~0.005	2.50	50
>0.005~0.01	0.50	100

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料分解

6.4.1.1 钨粉、钨条：将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中，用水润湿，分次加入 10 mL~30 mL 过氧化氢(3.1)，待剧烈反应后，加热至试料完全溶解，于低温蒸至近干。沿杯壁冲洗少量水，加入 10 mL 氨水溶液(3.2)，低温溶解至清亮并冒大气泡。

6.4.1.2 三氧化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵：将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中，加入 5 mL 过氧化氢(3.1)、低温加热至试料完全溶解。取下溶液，加入 30 mL 氨水(3.2)，加热溶解至清亮并冒大泡。

6.4.1.3 蓝钨、细、中颗粒碳化钨：将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中，加入 15 mL 过氧化氢(3.1)，加热并蒸至近干，再加入 10 mL 过氧化氢，加热并蒸至近干，沿杯壁冲洗少量水，加入 30 mL 氨水溶液(3.3)，溶解清亮并冒大泡。

6.4.1.4 紫钨、粗颗粒碳化钨：将一定量试样置于 100 mL 石英锥形瓶中，于 750 ℃高温炉中氧化完全，于干燥器中冷却。按表 1 称取试样，(精确至 0.000 1 g)，以下按(6.4.1.2)进行。

6.4.2 分析试液的制备

取下试液，不停地搅拌下缓慢加入 15 mL 盐酸(3.3)，钨酸沉淀后低温加热至沸腾，保温 30 min，至沉淀呈亮黄色，取下冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，滤液待测。(试料质量 2.5 g 时，用中速定量滤纸过滤于 300 mL 烧杯中，用热盐酸(3.4)洗涤烧杯和沉淀各 4~5 次，低温蒸至 20 mL~30 mL，取下冷却。将溶液移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。)

6.4.3 标准系列溶液的制备

于5个100 mL容量瓶中分别加入0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL钒标准溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 测量

仪器优化后,按推荐的分析线,由低到高测量绘制工作曲线的标准系列溶液中钒的发射光强度。分别以钒的质量浓度为横坐标,分析线发射光强度为纵坐标,计算机自动绘制工作曲线。

测量试料溶液和随同试料空白溶液中钒的发射光强度,计算机自动由工作曲线计算出钒的质量浓度。

7 分析结果的计算

钒含量以钒的质量分数 w_V 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_V = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——试液中钒的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白溶液中钒的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得;超过表2中含量的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

表 2

钒质量分数/%	0.000 23	0.005 6	0.010 2
重复性限/%	0.000 07	0.000 7	0.006

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

钒质量分数/%	允许差/%
>0.000 20~0.001 0	0.000 09
>0.001 0~0.006 0	0.000 8
>0.006 0~0.010	0.000 9

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试样；
 - 使用的标准(包括发布或出版年号)；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-



GB/T 4324.20-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47182

定价: 14.00 元