



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.gb168.cn

服务热线: 010-51780168

010-68522006

2013 年 6 月第一版

*

书号: 155066·1-47182

版权专有 侵权必究

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：钨量的测定 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 钼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。

GB/T 4324.20—2012

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($\rho=1.10$ g/mL)。
- 3.2 氨水($\rho=0.90$ g/mL),MOS 级。
- 3.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 3.4 盐酸(1+19)。
- 3.5 钒标准贮存溶液:准确称取 0.178 5 g 五氧化二钒[$w(V_2O_5)>99.9\%$],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($\rho=1.14$ 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 1mg 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 μ g 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 μ g 钒。

4 仪器

- 4.1 电感耦合等离子体光谱仪,分辨率 <0.006 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 μ g/mL,测定限为 0.080 μ 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。