



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.18—2013  
代替 GB/T 4325.20—1984

GB/T 4325.18—2013

## 钼化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of molybdenum—  
Part 18: Determination of vanadium content—  
N-benzoyl-N-phenylhydroxylamine spectrophotometry and inductively  
coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国  
国家标准  
钼化学分析方法  
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  
GB/T 4325.18—2013

\*  
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](http://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 0.75 字数 14 千字  
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-47314 定价 16.00 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



GB/T 4325.18—2013

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

表 5

钒的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 5	0.000 9
>0.005 5~0.010 0	0.001 2

## 6 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)；
- 使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
- 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。

## 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 钼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 18 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 4325.20—1984《钼化学分析方法 钼试剂光度法测定钒量》。本部分与 GB/T 4325.20—1984 相比，主要技术变化如下：

- 增加了“电感耦合等离子体原子发射光谱法”；
- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告条款。

本部分的方法一为仲裁分析方法。

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、广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院、上海有色金属研究所。

本部分主要起草人：谢明明、王郭亮、李巧红、王津、于力、胡永清、蔺佰朝、杨红忠、贺鑫。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.20—1984。

### 5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.5.4 测定

5.5.4.1 将试料(5.5.1)置于100 mL烧杯中,用水润湿,加入5 mL~8 mL过氧化氢(5.2.1),钼制品需在低温下缓慢加热溶解,待试料溶解后,加入一定量水并冲洗杯壁,加入2 mL~3 mL硝酸(5.2.2),加热煮沸1 min~2 min后,取下冷却,移至100 mL容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.4.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪波长309.311 nm处,测定随同空白溶液及试液的发射强度,从相应的工作曲线上计算经空白校正的钒的浓度。

### 5.5.5 工作曲线绘制

5.5.5.1 分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL钒标准溶液(5.2.4)于100 mL容量瓶中,加入2 mL硝酸(5.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.5.2 将标准系列溶液于电感耦合等离子体发射光谱仪波长309.311 nm处测定发射强度,以钒的质量浓度为横坐标、发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

## 5.6 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(2)计算:

$$w_V = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\rho_1$ ——自工作曲线上查得的测定溶液中钒的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_2$ ——自工作曲线上查得的空白溶液中钒的浓度,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)。

## 5.7 精密度

### 5.7.1 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4数据采用线性内插法求得。

表 4

钒的质量分数/%	0.000 5	0.003 0	0.005 0	0.008 0
重复性限/%	0.000 05	0.000 3	0.000 4	0.000 6

### 5.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表5所列允许差。