

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



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



GB/T 4324.20—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47182

定价: 14.00 元

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

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

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

钒的质量分数/%	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 °C 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。)

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 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。