

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钒量

Methods for chemical analysis iron, steel and alloy  
The flame atomic absorption spectrometric  
method for the determination of vanadium content

GB/T 223.76—94

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定钒量。

本标准适用于钢铁及合金中钒量的测定。测定范围:0.005%~1.0%。

### 2 方法提要

试样以盐酸、硝酸溶解,高氯酸冒烟,加入铝作为干扰抑制剂,吸喷溶液到氧化亚氮-乙炔火焰中,用钒空心阴极灯作光源,于原子吸收光谱仪 318.4 nm 波长处,测量其吸光度。称取试样中钒量应小于 10 mg、钛量应小于 5 mg。

### 3 试剂

3.1 纯铁(含钒量 $<0.0005\%$ 或已知很低的含钒量)。

3.2 盐酸( $\rho 1.19\text{ g/mL}$ )。

3.3 硝酸( $\rho 1.42\text{ g/mL}$ )。

3.4 高氯酸( $\rho 1.67\text{ g/mL}$ )。

3.5 盐酸(2+100)。

3.6 铝溶液(20 mg/mL):溶解 90.0 g 氯化铝( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )于 300 mL 水中,加入 5 mL 盐酸(3.2),用水稀释至 500 mL,混匀。

#### 3.7 钒标准溶液

##### 3.7.1 储备液

###### 3.7.1.1 用金属钒配制

称取 1.000 0 g 高纯钒(99.9%以上),溶解在 30 mL 王水中,加热蒸发至近干,加入 20 mL 盐酸(3.2)溶解盐类,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、混匀。此溶液 1 mL 含 2.00 mg 钒。

###### 3.7.1.2 用偏钒酸铵配制

称取 2.296 0 g 已在  $100\sim 105^\circ\text{C}$  下<sup>(注)</sup>烘 1 h 并在干燥器中冷却到室温的偏钒酸铵( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , 99.9%以上)置于 600 mL 烧杯中,加入 400 mL 热水慢慢溶解,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、混匀。此溶液 1 mL 含 2.00 mg 钒。

注:烘干温度超过  $110^\circ\text{C}$  时,可能引起偏钒酸铵分解,必须严格地控制烘干温度。

##### 3.7.2 标准溶液

移取 10.00 mL 储备液(3.7.1)于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含钒

0.080 mg。使用前配制。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪,备有氧化亚氮-乙炔燃烧器,钒空心阴极灯。氧化亚氮气体和乙炔气体要足够纯净,不含水分、油和钒,能够提供稳定、清亮的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标:

##### 4.1 精密度的最低要求:

用最高浓度的校准溶液,测量10次吸光度,计算其吸光度平均值和标准偏差,此标准偏差不应超过最高校准溶液吸光度平均值的1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液),测量10次吸光度,计算其吸光度的平均值和标准偏差,此标准偏差不应超过最高校准溶液吸光度平均值的0.5%。

##### 4.2 特征浓度

在与最终实验溶液基体一致的溶液中,其特征浓度要优于1.0 μg/mL。

##### 4.3 检出限

本标准钒的检出限要优于0.3 μg/mL。

##### 4.4 校准曲线的线性

校准曲线上端20%浓度范围内的斜率(表示为吸光度的变化量)与下端20%浓度范围内斜率的比值不应小于0.7。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样量

按表1称取试样。

表1

| 含钒量,%      | 称样量,g   |
|------------|---------|
| 0.005~0.20 | 1.000 0 |
| >0.20~1.00 | 0.200 0 |

##### 5.2 测定数量

称取两份试样进行测定,取其平均值。

##### 5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

##### 5.4 测定

###### 5.4.1 试液制备

将试样(5.1)置于250 mL烧杯中,加入10 mL盐酸(3.2)和4 mL硝酸(3.3),加热溶解,起泡停止以后加入10 mL高氯酸(3.4),继续溶解试样,蒸发溶液到冒高氯酸烟,保持5~6 min。取下冷却,加水20 mL,加热溶解盐类,过滤到100 mL容量瓶中,用热盐酸(3.5)洗涤几次滤纸,冷却,加入10.0 mL溶液(3.6),用水稀释至刻度、混匀。

###### 5.4.2 校准溶液的配制

按表2称取纯铁(3.1)7份分别置于250 mL烧杯中,分别加入0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL钒标准溶液(3.7.2),以下按5.4.1操作进行。

表 2

| 试样中含钒量, %  | 称取纯铁(3.1)量, g |
|------------|---------------|
| 0.005~0.20 | 1.000         |
| >0.20~1.00 | 0.200         |

### 5.4.3 测量

5.4.3.1 将试样溶液在原子吸收光谱仪上,于波长 318.4 nm 处,以氧化亚氮-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。从校准曲线上查出钒的浓度。

5.4.3.2 同时喷测校准曲线溶液及试样空白溶液。以钒浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.4.3.3 试样中含钒量超出校准曲线浓度范围时,采用稀释办法使钒量在最佳范围内,保持干扰抑制剂和基体量与校准曲线一致。

## 6 分析结果的计算

按下式计算钒的百分含量:

$$V(\%) = \frac{(c_2 - c_1) \cdot V}{m \times 10^6} \times 100 + c_3$$

式中:  $c_2$ ——从校准曲线上查得的试液中钒的浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$c_1$ ——从校准曲线上查得的空白溶液中钒的浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$V$ ——被测试液体积,  $\text{mL}$ ;

$c_3$ ——配制校准溶液使用的纯铁中钒的含量, %;

$m$ ——试样量,  $\text{g}$ 。

## 7 精密度

本标准是选择了 7 个水平由 23 个实验室共同实验的结果确定的。精密度见表 3。

表 3

| 水平范围, % (m/m) | 重现性 $r$                            | 再现性 $R$                            |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|
| 0.005~1.00    | $\lg r = -1.576 3 + 0.755 0 \lg m$ | $\lg R = -1.394 7 + 0.610 3 \lg m$ |

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数公式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准主要起草人于凤莲。