



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.76—94

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

1994-01-17 发布

1994-10-01 实施

国家技术监督局 发布

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(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 高氯酸(ρ 1.67 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 100~105℃^(注)烘 1 h 并在干燥器中冷却到室温的偏钒酸铵(NH_4VO_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℃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