



中华人民共和国国家标准

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

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

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

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。

GB/T 4325.18—2013

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。

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

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中钒量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中钒量的测定。方法一和方法二的测定范围均为 0.000 5%~0.010 0%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(ISO 1042)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(ISO 648)

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原则(ISO 384)

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法(ISO 4787)

3 总则

3.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认的分析纯试剂；所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水，应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内，其性能应达到检定要求的技术参数指标；玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 中规定的 A 级，具体使用方法参照 GB/T 12810 的要求。

4 方法一 钽试剂分光光度法

4.1 方法提要

试料经王水分解。在盐酸酸度为 2 mol/L~3 mol/L，于柠檬酸存在下，以乙酰丙酮-三氯甲烷萃取分离钼。在 3 mol/L~6 mol/L 盐酸溶液中，钽试剂与五价钒生成紫红色络合物，用三氯甲烷萃取，于分光光度计波长 515 nm 测量其吸光度。

4.2 试剂

4.2.1 柠檬酸。

4.2.2 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

4.2.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。