

ICS 71.040.99  
G 04

# DB51

四川省地方标准

DB51/T 2045—2015

---

## 高纯度五氧化二钒 氧化钾和氧化钠含量的测定方法

2015 - 09 - 25 发布

2016 - 01 - 01 实施

四川省质量技术监督局 发布



# 目 次

目次 .....	I
前 言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 试剂和材料 .....	1
5 仪器 .....	2
6 试样 .....	2
7 分析步骤 .....	3
8 分析结果及其表示 .....	4
9 允许差 .....	4
附 录 A（规范性附录） 等离子体原子光谱仪性能试验 .....	6
附 录 B（规范性附录） 美国赛默飞世尔公司 6300 型等离子体原子发射光谱仪的工作条件参数 .....	8

## 前 言

本标准 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由四川省经济和信息化委员会提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准起草单位：攀钢集团有限公司、国家钒钛制品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：杨新能、冯宗平、周开著、成勇、袁金红、杨平、肖军、但娟、唐香林、郭锦辉。

# 高纯度五氧化二钒 氧化钾和氧化钠含量的测定方法

## 1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定五氧化二钒中氧化钾、氧化钠的含量。

本标准适用于五氧化二钒中氧化钾、氧化钠的测定。氧化钾测定范围(质量分数):0.010%~0.500%;氧化钠测定范围(质量分数):0.010%~1.000%。

## 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,仅所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)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

## 3 原理

试料用盐酸和硝酸完全分解后稀释至规定体积,将试液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪,测量各元素相应波长的强度,根据校准曲线的回归方程计算出待测元素的含量。

## 4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级以上蒸馏水或纯度相当的水。

4.1 五氧化二钒,  $V_2O_5$  含量不小于 99.99%。

4.2 盐酸,  $\rho$  1.19 g/mL。

4.3 硝酸,  $\rho$  1.42 g/mL。

4.4 盐酸, 1+1。

4.5 硝酸, 1+1。

4.6 标准储备溶液

4.6.1 氧化钾标准储备溶液, 1 mg/mL。

称取 1.5829 g 氯化钾(基准,预先于 500 °C~600 °C 灼烧 1 小时,并于干燥器中冷却至室温)置于烧杯中,溶于约 100 mL 水中,移入 1000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.2 氧化钠标准储备溶液, 2 mg/mL。

称取 3.7715 g 氯化钠(基准,预先于 500 °C~600 °C 灼烧 1 小时,并于干燥器中冷却至室温)置于烧杯中,溶于约 100 mL 水中,移入 1000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

## 4.7 标准溶液

### 4.7.1 氧化钾标准溶液，100 μg/mL。

准确移取 10.00 mL 氧化钾标准储备溶液（4.6.1）于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

### 4.7.2 氧化钠标准溶液，200 μg/mL。

准确移取 10.00 mL 氧化钠标准溶液（4.6.2）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

## 5 仪器

### 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

可以使用任何型号的电感耦合等离子体原子发射光谱仪，根据制造商的建议和实验室定量分析操作来初始调节电感耦合等离子体原子发射光谱仪，并按 7.5.3 优化后，按附录 A 进行性能试验。

#### 5.1.1 分析谱线

本标准不指定特殊的分析谱线，推荐使用分析谱线列于表 1。

表1 推荐分析谱线

元素	K	Na
分析谱线, nm	766.490	589.592

#### 5.1.2 实际分辨率

计算每条使用的分析谱线的带宽，带宽必须小于 0.03 nm。

#### 5.1.3 短期稳定性

较短时间内连续测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度 11 次，计算测量的绝对强度或相对强度的相对标准偏差不应超过 0.5 %。

#### 5.1.4 长期稳定性

每隔 20 min 测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度 11 次，计算测量的绝对强度或相对强度的相对标准偏差不应超过 1 %。

#### 5.1.5 校准曲线的线性

校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查，相关系数必须大于 0.999。

### 5.2 容量瓶、移液管、吸量管

分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

## 6 试样

试样应全部通过 0.125 mm 的筛孔，在 105 °C ±5 °C 烘 1 h，置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料量

称取 0.50 g 试样，精确至 0.000 1 g。

### 7.2 测定次数

同一试样，应独立称取 2~4 份试料进行测定。

注：“独立”是指在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

### 7.3 空白试验

随同试料做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

### 7.4 验证试验

随同试样分析标准样品。

### 7.5 测定

#### 7.5.1 试液的制备

将五氧化二钒试料(7.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加少量水湿润试料，加 20 mL 盐酸(4.5)，10 mL 硝酸(4.6)，低温加热至试料完全溶解后取下，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 7.5.2 校准曲线系列溶液的制备

称取 0.500 0 g 五氧化二钒(4.1) 7 份，分别置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，以下 7.5.1 步骤操作，在稀释定容前，按表 2 规定的浓度分别加入相应的氧化钾标准溶液(4.7.1)和氧化钠标准溶液(4.7.2)后，定容配制成校准曲线系列溶液。

表2 校准曲线系列溶液的浓度

序号	K <sub>2</sub> O		Na <sub>2</sub> O	
	浓度, μg/mL	对应的质量分数, %	浓度, μg/mL	对应的质量分数, %
1	0	0	50	1
2	1	0.02	40	0.8
3	2	0.04	20	0.4
4	5	0.1	10	0.2
5	10	0.2	4	0.08
6	20	0.4	2	0.04
7	25	0.5	0	0

注：根据生产实际可以调整曲线各点浓度及曲线点数，但曲线点数不少于 5 点。

#### 7.5.3 仪器的准备和确认

7.5.3.1 开启等离子体光谱仪及其附属设备，点燃等离子体，进行测量前至少稳定运行 30 分钟。待仪器稳定后为每个待测元素选择适宜分析谱线和仪器工作条件（参见附录 B）。

7.5.3.2 检查 5.1.2~5.1.4 中的各项仪器性能指标。

#### 7.5.4 校准曲线的绘制

仪器稳定后，依次测量校准曲线系列溶液（7.5.2）中氧化钾、氧化钠在分析线处的光谱强度，每次测量之间吸入水冲洗，试液至少应重复测量 3 次。以光谱强度  $I$  为横坐标，待测元素浓度为纵坐标绘制校准曲线。计算其回归方程及相关系数，氧化钾、氧化钠的线性相关系数必须符合 5.1.5 要求。

#### 7.5.5 试液的测量

与 7.5.4 相同的条件下，将空白试液（7.3）和待测试液（7.5.1）依次导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，分别测定各待测元素在选定的分析线处的光谱强度，每次测量之间吸入水冲洗，试液至少应重复测量 3 次。

### 8 分析结果及其表示

#### 8.1 结果计算

根据试液的光谱强度值从校准曲线的回归方程中分别计算各自的浓度值，按式(1)计算被测元素  $M$  的含量，以质量百分数表示。

$$W_M = \frac{(c - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中：

$W_M$ ——待测元素含量，质量百分数（%）；

$c$ ——试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$c_0$ ——空白试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——被测试液的体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$m$ ——试料质量，单位为克（ $\text{g}$ ）。

#### 8.2 最终分析结果

同一试样两次测定结果的差值如不大于允许差，取其算术平均值作为分析结果，否则进行第三次测定；如三次测定结果的极差值不大于 1.2 倍允许差，取三次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则进行第四次测定；四次测定结果的极差值如不大于 1.3 倍允许差，取四次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则应查明原因重新分析。

分析结果应 GB/T 8170 的规定，修约至与允许差小数相同位数。

### 9 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 允许差

质量分数：%

测量元素	含量范围	允许差
K <sub>2</sub> O	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.100	0.010
	>0.100~0.250	0.020
	>0.250~0.500	0.030
Na <sub>2</sub> O	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.100	0.010
	>0.100~0.250	0.020
	>0.250~0.500	0.030
	>0.500~1.00	0.040

**附 录 A**  
(规范性附录)  
**等离子体原子光谱仪性能试验**

**A.1 目的**

A.1.1 本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体原子光谱仪的性能进行适当的测定，允许不同的仪器使用不同的操作条件，但等离子体原子光谱仪最终能产生一致的结果。

A.1.2 整个性能试验步骤用三个基本参数考核：检测限（DL），背景等效浓度（BEC）和短期精密度（RSDN）。

A.1.3 需要试验的元素列入表A.1。

**表A.1 建议的检测限**

元 素	分析谱线 nm	DL ( μg/mL)
K	766.490	≤0.20
Na	589.592	≤0.02

**A.2 定义**

A.2.1 检测限（DL）：当元素产生最小浓度信号时，可以认为超出了任何带有一定规定等级的伪背景信号；另一方面，元素浓度产生信号是背景水平值标准偏差的三倍。

A.2.2 背景等效浓度（BEC）：是产生与背景强度值相等的净强度相当于分析元素的浓度；是对给定波长灵敏度的度量。

A.2.3 短期精密度（RSD）：在测定条件下所得仪器的一系列读数的相对标准偏差。

**A.3 背景等效浓度和检测限**

A.3.1 制备3份溶液，含待测元素浓度分别为：0浓度水平，10倍检测限，1000倍检测限。这些溶液含有与待测样品相似浓度的酸、基体元素。

A.3.2 制备参比溶液的检测限可以是实验室值或是表A.1中给出的估计值。

A.3.3 应按制造商的建议和实验室定量分析的实践经验对等离子体光谱仪进行最初的调节。吸入空白液并取10次强度读数。对另外两种参比溶液重复此操作。

A.3.4 按式(A.1)计算分析曲线的斜率。

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$M$ ——分析曲线的斜率；

$C_2$ ——10倍检测限溶液的浓度，单位：μg/mL；

$I_2$ ——10倍检测限溶液10次原始强度读数的平均值；

$I_b$ ——空白溶液10次强度读数的平均值。

A.3.5 按式(A.2)计算检测限(DL)，单位：μg/mL。

$$D_L = 3S_b M \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中：

$S_b$ ——10次空白强度读数的标准偏差。

A. 3. 6 按式(A. 3)计算背景等效浓度(BEC)：

$$BEC = M \times \bar{I}_b \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中：

$BEC$ ——背景等效浓度，单位： $\mu\text{g/mL}$ 。

A. 3. 7 按式(A. 4)从原始平均强度( $I_3$ )与空白平均强度 $I_b$ 的差值来计算1000倍检测限溶液的净平均强度( $IN_3$ )，如下：

$$IN_3 = I_3 - I_b \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中：

$I_3$ ——是1000倍检测限溶液净平均强度。

A. 3. 8 按式(A. 5)计算1000倍检测限溶液的净强度相对标准偏差。

$$RSDN_{\min} = \frac{\sqrt{(S_3^2 + S_b^2)}}{IN_3} \times 100 \dots\dots\dots (A. 5)$$

式中：

$RSDN_{\min}$ ——元素浓度为 $1000 \times DL$ 溶液的估计值；

$S_3$ ——1000倍检测限溶液的10次强度读数的标准偏差。

## 附 录 B

(规范性附录)

美国赛默飞世尔公司 6300 型等离子体原子发射光谱仪的工作条件参数

## B.1 元素的分析谱线和背景校正点 (表B.1)

表B.1 元素的分析谱线和背景校正点

元素	波长 (nm)	RF 功率 (W)	观测高度 (mm)	辅气流量 (1.0 L/min)	泵速 (rpm)	积分时间 (s)	雾化器压力 (MPa)	背景校正区域
K	766.490	950	14	1.0	50	5	0.20	L (1~2), R (11~12)
Na	589.592	950	14	1.0	50	5	0.20	L (1~2), R (11~12)