



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.22—2010
代替 GB/T 14506.22—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 22 部分：钒量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 22: Determination of vanadium content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钡量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 22 部分。

本部分代替 GB/T 14506.22—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 钒的测定》。

本部分与 GB/T 14506.22—1993 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心、浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：郑存江、张明杰、胡勇平、王苏明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.22—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第 22 部分：钒量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中钒量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中钒量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中钒量的测定。

测定范围:极谱法,10 $\mu\text{g/g}$ ~800 $\mu\text{g/g}$ 的钒量。光度法,10 $\mu\text{g/g}$ ~2 000 $\mu\text{g/g}$ 的钒量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

3 硫酸-苯羟乙酸-氯酸钾底液间接极谱法

3.1 原理

钒(V)在微酸性的苯羟乙酸-氯酸钾溶液中,在加热情况下,能使苯羟乙酸分解成苯甲酸,本身被还原而生成的钒(IV)则被氯酸钾又氧化成钒(V)。钒不被消耗仅起催化作用。在控制加热时间条件下,生成物苯甲酸的扩散电流与钒浓度成正比。在示波极谱仪上,起始电位为-0.70 V,半波电位即导数波的峰电位约为-0.96 V(对饱和甘汞电极)。测定苯甲酸的还原电流从而间接测定钒量。

3.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 过氧化钠。

3.2.2 无水乙醇。

3.2.3 硫酸(1+1),优级纯。**警告——不当的稀释易发生危险!**

3.2.4 硫酸(1+9),优级纯。**警告——不当的稀释易发生危险!**

3.2.5 苯羟乙酸溶液(1+9)。

3.2.6 氯酸钾溶液(60 g/L)。

3.2.7 钒标准溶液:

a) 钒标准溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):

称取 0.178 5 g 预先经 120 $^{\circ}\text{C}$ 烘干并已于干燥器中冷却的高纯五氧化二钒,置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),溶解后,以硫酸(3.2.3)中和并过量 5 mL,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 100.0 μg 钒;

b) 钒标准溶液(10.0 $\mu\text{g/mL}$):

分取 50.0 mL 钒标准溶液[3.2.7a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液

1 mL 含 10.0 μg 钒;

c) 钒标准溶液(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$):

分取 50.0 mL 钒标准溶液[3.2.7b)], 置于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液 1 mL 含 1.0 μg 钒。

3.2.8 酚酞乙醇溶液(5 g/L): 称取 0.5 g 酚酞溶解于 100 mL 无水乙醇(3.2.2)中。

3.3 仪器

警告——应按照极谱仪仪器使用规程, 在有良好通风条件并经活性炭吸附处理汞的设施中进行操作, 以避免汞对环境的污染。

3.3.1 天平: 三级, 感量 0.1 mg。

3.3.2 示波极谱仪。

参比电极: 饱和甘汞电极。

3.4 试样

3.4.1 试样粒径应小于 74 μm 。

3.4.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h, 置于干燥器中, 冷却至室温。

3.4.3 对易吸水的岩石, 应取空气干燥试样, 在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定, 最终以干态计算结果。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定数量

同一试料, 一般应进行双份测定, 或按一定比例进行双份测定。

3.5.2 试料量

称取 0.5 g 试料, 精确至 0.1 mg。

注: 钒量大于 400 $\mu\text{g}/\text{g}$ 时, 称取 0.2 g 试料。

3.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验, 所用试剂取自同一试剂瓶, 加入同等的量。

3.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

3.5.5 测定

3.5.5.1 试料的分解

将试料(3.5.2)置于石墨坩埚中, 加入 3 g 过氧化钠(3.2.1), 搅匀, 再覆盖约 1 g 过氧化钠(3.2.1), 加盖, 放入高温炉中, 升温至 700 $^{\circ}\text{C}$, 保持 10 min, 取出, 稍冷。

3.5.5.2 定容

将坩埚及盖置于 200 mL 烧杯中, 加入 70 mL 沸水及 0.5 mL 无水乙醇(3.2.2), 盖上表面皿, 立即置于小电炉上煮沸后移置于高温电热板上, 保持沸腾状态约 10 min 以赶尽过氧化氢(注意: 防止飞溅), 取下, 用水吹洗表面皿, 并洗出坩埚及盖, 冷却后, 用水移入 100 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀。放置澄清。

3.5.5.3 分取溶液

分取 5.0 mL 上层清液(或干过滤的滤液), 置于 25 mL 具塞比色管中, 加入 1 滴酚酞指示剂(3.2.8), 先用硫酸(3.2.3)中和, 近终点时改用硫酸(3.2.4)中和至红色消失并过量 0.5 mL, 冷却, 加入 5 mL 苯羟乙酸溶液(3.2.5)及 2 mL 氯酸钾溶液(3.2.6), 用水稀释至刻度, 摇匀。放入沸水浴中, 在水浴微沸状态保持半小时(塞子冲开后, 轻轻盖上, 防止溶液蒸发), 取出, 在流水浴中冷却至室温。

注 1: 准确加入底液中各组分, 浓度(包括由中和生成的硫酸钾)不同程度影响峰高。

注 2: 将试料与标准系列放置在同一座架上, 连同座架放入沸水浴中, 到时间后同时取出以确保加热时间一致, 加热时间的长短影响催化反应生成。

3.5.5.4 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钒标准溶液[3.2.7c)], 置于一系列 25 mL 具塞比色管中, 加入 5.0 mL 空白试验溶液(3.5.3), 以下手续按(3.5.5.3)分析步骤进行。

3.5.6 极谱测定

将部分溶液倾入电解池中, 在示波极谱仪上, 起始电位为-0.70 V, 用导数部分或常规部分进行测定。同时进行校准溶液系列的极谱测定。

3.5.7 校准曲线绘制

以钒量为横坐标, 峰高为纵坐标, 绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的钒量。

3.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(V)$ 计, 数值以 $\mu g/g$ 表示, 按式(1)计算钒量:

$$w(V) = \frac{m_1 V}{m V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的钒量, 单位为微克(μg);
- V ——试料溶液总体积, 单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试料溶液体积, 单位为毫升(mL);
- m ——试料量, 单位为克(g)。

注: 由于标准系列中已加入与试料相当量的试料空白溶液, 故计算结果时不需再减相应的空白。
分析结果以 $x.x \mu g/g$ 、 $xx.x \mu g/g$ 、 $xxx \mu g/g$ 表示。

3.7 精密度

硫酸-苯羟乙酸-氯酸钾底液间接极谱法测定硅酸盐岩石中钒量结果的精密度见表 1。

表 1 精密度 单位为微克每克

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
V	10.0~718	$r=0.396m^{0.79}$	$R=3.031+0.231m$
注: 本精密度数据是由 7 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			

4 乙酸-乙酸钠-铜铁试剂底液极谱法

4.1 原理

在乙酸-乙酸钠缓冲溶液中(pH5), 当有 0.012%铜铁试剂存在时, 钒产生灵敏的吸附催化电流。当用柠檬酸钠和氟化钾作干扰掩蔽剂时, 方法有很好的适应性。在示波极谱仪上, 峰电位约为-0.77 V (对饱和甘汞电极), 峰高与钒浓度呈线性关系, 计算钒量。

4.2 试剂

- 4.2.1 过氧化钠。
- 4.2.2 无水乙醇。
- 4.2.3 盐酸(1+1)。
- 4.2.4 氟化钾溶液(10 g/L)。贮于塑料瓶中。
- 4.2.5 柠檬酸钠溶液 $c(Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O) = 0.5 \text{ mol/L}$: 称取 29.4 g 柠檬酸钠($Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$), 置于 250 mL 烧杯中, 加水溶解后, 用水稀释至 200 mL, 搅匀。
- 4.2.6 乙酸 [$c(HAc) = 1 \text{ mol/L}$ -乙酸钠 $c(NaAc) = 2 \text{ mol/L}$]缓冲溶液(pH5): 称取 80 g 无水乙酸钠[或 136 g 含水乙酸钠($NaAc \cdot 3H_2O$)], 置于 600 mL 烧杯中, 加入 30 mL 冰乙酸($\rho 1.05 \text{ g/mL}$), 加水溶解后并稀释至 500 mL, 搅匀。

4.2.7 铜铁试剂(N-亚硝基苯胍铵)溶液(3 g/L):在250 mL烧杯中,加入120 mL水,加热至60℃,在搅拌下加入片状铜铁试剂30 g,使全部溶解,加入粉末状活性炭2 g,搅拌10 min~15 min,用布氏漏斗过滤,将滤液冷却至15℃~20℃,再冷却至0℃并放置过夜,用4号坩埚抽滤析出的结晶,分别用10 mL无水乙醇(4.2.2)和10 mL乙醚洗涤。即得白色或浅米黄色片状纯净的铜铁试剂,置于棕色磨口试剂瓶中,放一小包用滤纸包封的固体碳酸铵以防止氧化,密封后,置于阴凉处储存备用。

注:铜铁试剂为白色或浅米黄色片状结晶,随放置时间增加而颜色逐渐变深,甚至出现少量黑色小颗粒氧化物,不利于微量钒的测定。

4.2.8 钒标准溶液:

a) 钒标准溶液(100.0 μg/mL):

称取0.1785 g预先经120℃烘2 h并已于干燥器中冷却的高纯五氧化二钒,置于150 mL烧杯中,加入5 mL氢氧化钠溶液(100 g/L),溶解后,以盐酸(4.2.3)中和并过量5 mL,用水移入1 000 mL容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,此溶液1 mL含100.0 μg钒;

b) 钒标准溶液(10.0 μg/mL):

分取50.0 mL钒标准溶液[4.2.8a)],置于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液1 mL含10.0 μg钒;

c) 钒标准溶液(1.0 μg/mL):

分取50.0 mL钒标准溶液[4.2.8b)],置于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液1 mL含1.0 μg钒。

4.2.9 2,4-二硝基酚(或甲基红)溶液(1 g/L)。

4.3 仪器

警告——应按照极谱仪仪器使用规程,在有良好通风条件并经活性炭吸附处理汞的设施中进行操作,以避免汞对环境的污染。

4.3.1 示波极谱仪,参比电极:饱和甘汞电极。

4.3.2 天平:三级,感量0.1 mg。

4.4 试样

4.4.1 试样粒径应小于74 μm。

4.4.2 试样应在105℃预干燥2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

4.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按GB/T 14506.1进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

4.5.2 试料量

称取0.5 g试料,精确至0.1 mg。

注:钒含量大于400 μg/g时,称取0.2 g试料。

4.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

4.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

4.5.5 测定

4.5.5.1 试料的分解

将试料(4.5.2)置于石墨坩埚中,加入3 g过氧化钠(4.2.1),搅匀,再覆盖约1 g过氧化钠(4.2.1),加盖,放入高温炉中,升温至700℃,保持10 min,取出,稍冷却。

4.5.5.2 定容

将坩埚及盖置于 200 mL 烧杯中,加入 70 mL 沸水及 0.5 mL 无水乙醇(4.2.2),盖上表面皿,立即置于小电炉上煮沸后移至高温电热板上,保持沸腾状态约 10 min 以赶尽过氧化氢(注意:防止飞溅),取下,用水吹洗表面皿,并洗出坩埚及盖,冷却后,用水移入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。放置澄清。

4.5.5.3 分取溶液

分取 5.0 mL 上层清液(或干过滤的滤液),置于 25 mL 容量瓶中,加入 1 滴 2,4-二硝基酚(或甲基红)指示剂(4.2.9)、1 mL 氯化钾溶液(4.2.4)及 2 mL 柠檬酸钠溶液(4.2.5),用盐酸(4.2.3)中和至溶液变色,冷却,加入 2.5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.2.6)及 1 mL 铜铁试剂溶液(4.2.7),用水稀释至刻度,摇匀。

注:准确加入底液中各组分,浓度(包括由中和生成的氯化钠)不同程度地影响钒的峰高。

4.5.5.4 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钒标准溶液[4.2.8c)],置于一系列 25 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 空白试验溶液(4.5.3),以下按(4.5.5.3)分析步骤进行。

4.5.6 极谱测定

将部分溶液倾入电解池中,用示波极谱仪。导数部分进行测定,起始电位为-0.60 V,同时进行校准曲线的极谱测定。

4.5.7 校准曲线绘制

以钒量为横坐标,峰高为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的钒量。

4.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(V)$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(2)计算钒量:

$$w(V) = \frac{m_1 V}{m V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的钒量,单位为微克(μg);
- V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL);
- V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g)。

注:由于标准系列中已加入与试料相当量的试料空白溶液,计算结果时不再减相应的空白。

分析结果以 $x.x \mu\text{g/g}$ 、 $xx.x \mu\text{g/g}$ 、 $xxx \mu\text{g/g}$ 表示。

4.7 精密度

乙酸-乙酸钠-铜铁试剂底液极谱法测定硅酸盐岩石中钒量结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 单位为微克每克

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
V	21.5~762	$r=0.176m^{0.95}$	$R=0.443m^{0.88}$
注:本精密度数据是由 7 个实验室对 9 个水平的试料进行实验确定的。			

5 2-[(5-溴-2-吡啶)-偶氮]-5-二乙氨基苯酚光度法

5.1 原理

试样用过氧化钠碱熔分解,水提取,干过滤,吸取部分滤液,在 pH1.0~pH2.5 的磷酸介质中,钒与过氧化氢-2-[(5-溴-2-吡啶)-偶氮]-5-二乙氨基苯酚(5-Br-PADAP)生成 1:1:1 的红色三元络合物,在

分光光度计上,于波长 590 nm 处测量其吸光度,计算钒量。

5.2 试剂

5.2.1 过氧化钠。

5.2.2 氢氧化钠溶液(40 g/L)。贮于塑料瓶中。

5.2.3 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险!

5.2.4 硫酸(1+5)。警告——不当的稀释易发生危险!

5.2.5 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。将浓磷酸加热至冒小泡,滴加 0.1 mol/L 高锰酸钾溶液,直至呈现稳定的微红色,继续加热 2 min,取下冷却。

5.2.6 混合掩蔽剂[0.6%反式 1,2-环己二胺四乙酸(CyDTA)-1%氟化钠-5%焦磷酸钠]:称取 3 g CyDTA,先以温水溶解,然后加数滴氢氧化钠溶液,搅拌使其全部溶解,再加 5 g 氟化钠、25 g 焦磷酸钠,溶解后,用水稀释至 500 mL。贮于塑料瓶中。

5.2.7 磷酸-磷酸氢二钠缓冲溶液(pH1.7):称取 36 g 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)置于 200 mL 烧杯中,加水溶解,加入 30 mL 磷酸(5.2.5),用水稀释至 500 mL,摇匀。用 pH 计校正。

5.2.8 过氧化氢溶液(4+96)。

5.2.9 2-[(5-溴-2-吡啶)-偶氮]-5-二乙氨基苯酚(简称 5-Br-PADAP,0.05%)乙醇溶液:称取 50 mg 5-Br-PADAP 置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 无水乙醇,于温水浴上溶解,冷却,用无水乙醇稀释至 100 mL,摇匀。

5.2.10 钒标准溶液:

a) 钒标准溶液(500.0 $\mu\text{g/mL}$):

称取 0.446 3 g 基准五氧化二钒(预先经 500 $^{\circ}\text{C}$ ~550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h,置于干燥器中冷却至室温),置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 氢氧化钠溶液(5.2.2),加热溶解,冷却,慢慢加入 10 mL 硫酸(5.2.3),移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 500.0 μg 钒;

b) 钒标准溶液(20.0 $\mu\text{g/mL}$):

分取 20 mL 钒标准溶液[5.2.10a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 20.0 μg 钒;

c) 钒标准溶液(2.0 $\mu\text{g/mL}$):

分取 25.00 mL 钒标准溶液[5.2.10b)],置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 2.0 μg 钒。

5.2.11 2,4-二硝基酚溶液(0.1%)。

5.3 仪器

5.3.1 分光光度计。

5.3.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

5.4 试样

5.4.1 试样粒径应小于 74 μm 。

5.4.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

5.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时,按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

5.5 分析步骤

5.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

5.5.2 试料量

根据钒含量范围按表 3 称取试料量和分取试料溶液。

表 3 试料量及分取试料溶液

含量范围/(μg/g)	试料量/g	分取试料溶液/mL	分取滤液 A/mL
<50	1.0		25.00
50~200	0.5	25.00	10.00
>200~500	0.2	10.00	5.00
>500	0.1	5.00	5.00
注：滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。			

5.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

5.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

5.5.5 测定

5.5.5.1 试料的分解

将试料(5.5.2)置于 20 mL 刚玉坩埚中,加 3 g 过氧化钠(5.2.1),混匀,并用少量过氧化钠覆盖。置于已升温至 700 ℃ 的高温炉中,熔融 10 min。取出冷却,置于 200 mL 烧杯中,用 60 mL 热水提取,洗净坩埚,煮沸 5 min,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用中速滤纸干过滤于 50 mL 烧杯中,弃去最初滤液。

注：铁、钛、钴也与 5-Br-PADAP 生成有色络合物,可采用沉淀分离。钨、铬、铝等可加 CyDTA-焦磷酸钠-氟化钠混合掩蔽剂消除其影响。

5.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钒标准溶液[5.2.10c)], 置于一系列 25 mL 容量瓶中,用水稀释至约 10 mL,以下按(5.5.6)分析步骤进行。

5.5.6 显色与测量

根据钒的含量(5.5.2),分取 10.0 mL 或 5.00 mL 滤液(5.5.5.1),置于 25 mL 容量瓶中,用水稀释至约 10 mL,加 3.5 mL 混合掩蔽剂(5.2.6),摇匀,放置 5 min,加 3 滴 2,4-二硝基酚指示剂(5.2.11),用硫酸(5.2.4)小心调节至由黄色变为无色,加 6.0 mL 缓冲溶液(5.2.7)摇匀,加 1.0 mL 5-Br-PADAP 乙醇溶液(5.2.9)摇匀,加 3 滴过氧化氢(5.2.8),摇匀,用水稀释至刻度,摇匀。放置 30 min,在分光光度计上,以试剂空白为参比,用 1 cm 或 3 cm 比色皿,在波长 590 nm 处测量其吸光度。

5.5.7 校准曲线绘制

以钒量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的钒量。

5.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(V)$ 计,数值以 $\mu g/g$ 表示,按式(3)计算钒量:

$$w(V) = \frac{(m_1 - m_0)V}{m V_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的钒量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的钒量,单位为微克(μg);
- V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL);
- V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g)。

分析结果以 $x.x \mu g/g$ 、 $xx.x \mu g/g$ 、 $xxx \mu g/g$ 表示。

5.7 精密度

2-[(5-溴-2-吡啶)-偶氮]-5-二乙氨基苯酚光度法测定硅酸盐岩石中钒量结果的精密度见表 4。

表 4 精密度 单位为微克每克

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
V	10.0~762	$r=3.196+0.072\ 2m$	$R=1.116m^{0.57}$
注：本精密度数据是由 7 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			



参 考 文 献

- [1] GB/T 14506.3 硅酸盐岩石化学分析方法 二氧化硅量测定
-



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅酸盐岩石化学分析方法
第 22 部分:钒量测定
GB/T 14506.22—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

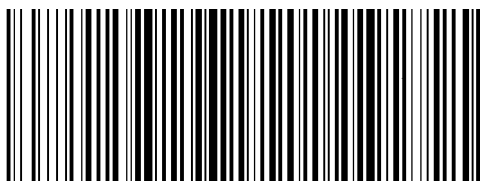
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号:155066·1-40966

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)68533533



GB/T 14506.22—2010