



中华人民共和国国家标准

GB/T 20255.3—2006

硬质合金化学分析方法 钼、钛和钒量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of hardmetals—
Determination of molybdenum, titanium and vanadium contents—
Flame atomic absorption spectrometric method

(ISO 7627/4:1983, Hardmetals—Chemical analysis by
flame atomic absorption spectrometry—
Part 4: Determination of molybdenum, titanium and vanadium
in contents from 0.01% to 0.5% (m/m), MOD)

2006-05-08 发布

2006-10-01 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 20255—2006 分为 5 个部分,本部分为第 3 部分。

本部分修改采用 ISO 7627/4:1983《硬质合金——火焰原子吸收光谱法化学分析——第四部分:含量为 0.01%~0.5%(*m/m*)的钨、钛和钒的测定》在技术内容上与该国际标准等同,在文本结构上对该国际标准修改,差异见附录 A。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由株洲硬质合金集团有限公司负责起草。

本部分主要起草人:郭鹏、叶锦。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

硬质合金化学分析方法

钼、钛和钒量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了火焰原子吸收光谱法对铬、铌、钽、钛、钨、钒的碳化物,上述碳化物与粘结金属的混合物以及硬质合金(包括完全除去涂层的涂层硬质合金)中的钼、钛和钒量的测定方法。

本部分适用于铬、铌、钽、钛、钨、钒的碳化物,上述碳化物与粘结金属的混合物以及硬质合金(包括完全除去涂层的涂层硬质合金)中钼、钛和钒量的测定。测定范围:0.01%~0.5%。

2 方法原理

试料用氢氟酸和硝酸溶解,以氯化铯为消电离剂,于原子吸收光谱仪上测定各元素量。

3 试剂

3.1 氢氟酸(ρ 1.12 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氯化铯溶液(10 g/L)。

3.4 氟化铵溶液(100 g/L)。

3.5 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.7 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.8 硫酸(1+1)。

3.9 硫酸(1+9)。

3.10 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.11 硫酸铵。

3.12 钼标准贮存溶液:称取 1.500 3 g 经 600℃灼烧 1 h 的三氧化钼($\geq 99.95\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 氨水(3.5),低温加热溶解,加入 50 mL 水,煮沸后微沸 10 min,加入 40 mL 盐酸(3.6),冷却至室温,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钼。

3.13 钼标准溶液:移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液(3.12)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钼。

3.14 钛标准贮存溶液:称取 1.668 3 g 经 800℃灼烧 1 h 的二氧化钛($\geq 99.95\%$),置于 500 mL 三角瓶中,加入 20 g 硫酸铵(3.11),40 mL 硫酸(3.7),置于高温电炉上溶解完全,稍冷,加入 80 mL 硫酸(3.9),迅速摇动,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,冷却至室温,用硫酸(3.9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钛。

3.15 钛标准溶液:移取 10.00 mL 钛标准贮存溶液(3.14)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钛。

3.16 钒标准贮存溶液:称取 1.785 2 g 经 500℃灼烧 1 h 的五氧化二钒($\geq 99.95\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.10),溶解完全,加入 80 mL 硫酸(3.8)中和并使溶液酸化,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钒。

- 3.17 钒标准溶液：移取 10.00 mL 钒标准贮存溶液(3.16)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钒。
- 3.18 基体：与试样组成相似，且不含被测元素或含量极微。
- 3.19 所用试剂为分析纯及高纯试剂。
- 3.20 使用二次蒸馏水或同等纯度的水。

4 仪器

- 4.1 原子吸收光谱仪：带有一氧化二氮-乙炔火焰燃烧器，附铅、钛和钒单元素空心阴极灯。
在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：
 - 特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，铅的特征质量浓度应不大于 0.3 μg/mL；钛的特征质量浓度应不大于 1.0 μg/mL；钒的特征浓度应不大于 0.8 μg/mL。
 - 精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。
 - 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。
- 4.2 聚四氟乙烯烧杯：100 mL。
- 4.3 聚丙烯容量瓶：100 mL。

5 试样

如果需要，可将试样置于由不会改变试样成分的材料制成的研钵中研碎。如果试样含有成型剂或涂层，分析前应予以清除。

6 分析步骤

6.1 安全措施

请按照仪器生产商的说明点火和熄火。

6.2 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。

表 1

铅、钛、钒的质量分数/%	试料质量/g
0.01~0.1	1
>0.1~0.5	0.5

6.3 测定次数

独立地进行 3 次测定，测定值间极差应在允许差之内，取其平均值。

6.4 空白试验

随同试料做空白试验。空白试验应加入与试料等量的基体(3.18)。

6.5 测定

- 6.5.1 将试料(6.2)置入 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 水，5 mL 氢氟酸(3.1)，然后逐滴加入 5 mL 硝酸(3.2)，盖好烧杯，缓慢加热至试料完全溶解，冷却。
- 6.5.2 加入 10 mL 氯化铯溶液(3.3)，10 mL 氟化铵溶液(3.4)，将溶液移入 100 mL 聚丙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 6.5.3 对于灵敏度较高的仪器，移取 10.00 mL 试液(6.5.2)于 100 mL 聚丙烯容量瓶中，加入 10 mL

氯化铯溶液(3.3),10 mL 氟化铵溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.4 使用一氧化二氮-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪上,铅在 313.3 nm,钛在 364.3 nm 和钒在 318.4 nm 波长处,与标准系列溶液同时,以水调零,测量试液(6.5.2 或 6.5.3)的吸光度。

6.5.5 从相应工作曲线上分别查出经空白校正的各元素的质量浓度。

6.6 工作曲线的绘制

称取 6 份与试料等量的基体(3.18)置于一组 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 水,5 mL 氢氟酸(3.1),然后逐滴加入 5 mL 硝酸(3.2),盖好烧杯,缓慢加热至基体完全溶解,冷却。根据铅的质量分数,按表 2 移取铅标准溶液(3.13),加入 10 mL 氯化铯溶液(3.3),10 mL 氟化铵溶液(3.4),将溶液移入 100 mL 聚丙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

使用一氧化二氮-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 313.3 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以铅的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制铅的工作曲线。

在选定的仪器工作条件下,按上述步骤分别绘制钛和钒的工作曲线。

表 2

铅、钛、钒 的质量分数/%	标准溶液名称	移取标准溶液体积/mL					
		0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
0.01~0.1	铅标准溶液(3.13)	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
	钛标准溶液(3.15)	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
	钒标准溶液(3.17)	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
>0.1~0.5	铅标准溶液(3.13)	0	5.00	10.00	15.00	20.00	25.00
	钛标准溶液(3.15)	0	5.00	10.00	15.00	20.00	25.00
	钒标准溶液(3.17)	0	5.00	10.00	15.00	20.00	25.00

7 分析结果的表述

按下式分别计算铅、钛、钒的质量分数(%):

$$w(X) = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:

X ——被测元素铅、钛、钒;

ρ ——自工作曲线上查得的试液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

8 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

铅、钛、钒的质量分数/%	允许差/%
0.01~0.5	0.2×(质量分数)

附录 A
(资料性附录)

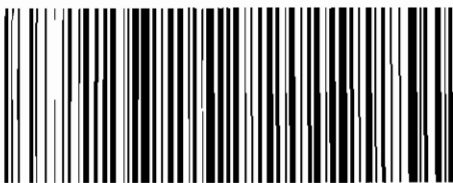
本部分章条编号与 ISO 7627/4:1983 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 7627/4:1983 章条编号对照一览表。

表 A.1

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
2	
---	2
4	.
5	--
6	4
7	5.1
8	5.2

注：表中的章条以外的本部分其他章条编号与 ISO 7627/4:1983 其他章条编号均相同且内容相对应。



GB/T 20255.3-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-28068

定价: 8.00 元