



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
中国国家标准化管理委员会 发布

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：钨量测定；
- 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。

GB/T 14506.22—2010

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