



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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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
GB/T 20255.3—2006

*

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

<http://www.spc.net.cn>
电话:(010)51299090、68522006
2006年10月第一版

*

书号:155066·1-28068

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

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。