

UDC 549.6  
D 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.22—93

---

## 硅酸盐岩石化学分析方法 钒的测定

Silicate rocks—Determination of vanadium

1993-06-19 发布

1994-02-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 硅酸盐岩石化学分析方法 钒的测定

GB/T 14506.22-93

Silicate rocks—Determination of vanadium

### 1 主题内容与适用范围

本标准适用于黑云母花岗岩、流纹岩、花岗闪长岩、石英角闪安山岩、橄榄玄武岩、辉长岩、粗安岩、霓霞正长岩、砂岩、页岩以及其他成分相近的硅酸盐岩石中钒的测定。

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

当用不同方法分析有争议时，二种极谱法中以间接极谱法为仲裁方法。

本标准遵守 GB/T 14505 的规定。

### 2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 重量法测定吸附水量

#### 第一篇 硫酸-苯羟乙酸-氯酸钾底液间接极谱法

### 3 方法提要

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醛，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。在一定条件下，即控制加热时间(微沸水浴中保持半小时)，酸度(0.2%硫酸)，反应物浓度(2%苯羟乙酸，0.48%氯酸钾)等，生成物苯甲醛的扩散电流与钒浓度(0.10~10.0 $\mu\text{g}$  钒/25mL)成正比。借测定苯甲醛的还原电流从而间接测定钒。半波电位即导数波的峰电位约为-0.96V(对饱和甘汞电极)。

试样用碱熔分解，水提取，许多金属元素如铁、钛、铜、镍、钴等进入沉淀而与钒分离，然后分取部分溶液进行钒的测定。

在测定条件下，当25mL体积中含有4 $\mu\text{g}$ 钒，分别加入50 $\mu\text{g}$ 锌，20 $\mu\text{g}$ 锡，10 $\mu\text{g}$ 铅、铋、砷(III)，5 $\mu\text{g}$ 砷(V)、锑、硒、碲、镓、铬，4 $\mu\text{g}$ 钨、钼，2 $\mu\text{g}$ 铀、锆，1mg铝，20mg二氧化硅时，均不影响钒的测定。

### 4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 无水乙醇。

4.3 硫酸(1+1)，优级纯。

4.4 硫酸(10%)。

4.5 苯羟乙酸溶液(10%)。

4.6 氯酸钾溶液(6%)。

国家技术监督局1993-06-19批准

1994-02-01实施