

# 团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

---

## 钒酸钠分析方法 第2部分：钠含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis sodium vanadate—Part2:Determination of  
sodium contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric  
method

(征求意见稿)

(在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

---

**中关村材料试验技术联盟** 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件为 T/CSTM 00780《钒酸钠分析方法》的第2部分。T/CSTM 00780 已经发布了以下部分：

——第1部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法。目的在于测定钒酸钠中钒含量，采用硫酸亚铁铵滴定法；

——第3部分：硅铝等 12 种杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体光谱法。目的在于测定钒酸钠中硅、铝、钙、铁、铅、锰、铬、钛、砷、钼、铜、磷含量，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）归口。

## 引 言

钒酸钠既是一种钒化工产品，也是生产五氧化二钒的中间产品，其质量监测涉及基体元素钒和钠，以及微量杂质元素的检测分析，元素的适用范围以及使用方法各不相同。为保证钒酸钠检测标准的方便及准确，针对钒酸钠中不同元素的分析方法，拟构建支撑钒酸钠检测的团体标准体系。

T/CSTM 000780《钒酸钠分析方法》拟由3部分构成。

——第1部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法。目的在于测定钒酸钠中钒含量，采用硫酸亚铁铵滴定法。

——第2部分：钠含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于钒酸钠中钠含量，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法。

——第3部分：硅铝等12种杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体光谱法。目的在于测定钒酸钠中硅、铝、钙、铁、铅、锰、铬、钛、砷、钼、铜、磷含量，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法。

# 钒酸钠分析方法 第2部分：钠含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

**警告**——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

本文件规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒酸钠中钠含量的原理、试剂和材料、仪器、取样和制样、分析步骤、分析结果及其表示、精密度和试验报告。

本文件适用于钒酸钠中钠元素含量的测定，测量范围（质量分数）：20.0%~40.0%。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

YB/T 5304 五氧化二钒

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

试样经盐酸消解完全，以水稀释定容后引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，测量钠元素分析谱线的信号强度，根据校准曲线回归方程计算钠元素的含量。

## 5 试剂与材料

### 5.1 一般要求

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上去离子水或其它纯度相当的水。

## 5.2 氯化钠

纯度不低于 99.99%，预先在 105℃~110℃干燥 1.5h，并在干燥器中冷却至室温保存。

## 5.3 五氧化二钒

纯度不低于 99.99%，预先在 105℃~110℃干燥 1.5h，并在干燥器中冷却至室温保存。

## 5.4 盐酸

$\rho \approx 1.19 \text{ g/mL}$ 。

## 5.5 标准储备溶液

### 5.5.1 钠元素标准储备溶液，1.00 mg/mL

称取 2.5217 g 氯化钠（4.1）置于 500 mL 锥形瓶中，加入约 100 mL 水加热溶解完全，冷却至室温后，移入 1000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 钠。可采用其它国家标准进行配制或使用有证标准物质/样品。

### 5.5.2 钒元素标准储备溶液，1.00 mg/mL

称取 0.892 6 g 五氧化二钒（4.2）置于 500 mL 锥形瓶中，加入 30 mL 盐酸（5.4）加热溶解完全，冷却室温后，移入 500 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 钒。可采用其它国家标准进行配制或使用有证标准物质/样品。

## 5.6 氩气

纯度不低于 99.99%。

## 6 仪器与设备

### 6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

6.1.1 本文件不限定电感耦合等离子体原子发射光谱仪型号，不指定特殊的分析谱线；使用时，应根据仪器特点检查谱线的背景校正位置以及光谱干扰情况；

6.1.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的初始调节应满足仪器说明书要求、符合实验室定量分析操作规程，并按 8.5.3 进行仪器的准备和确认。

6.1.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪按附录 A 进行仪器设备性能试验，技术指标应满足下列要求：

- a) 钠元素的检测限不大于 0.2  $\mu\text{g/mL}$ ；
- b) 每条使用的分析谱线的带宽宽度小于 0.03 nm；
- c) 较短时间内连续测 10 次待测元素校准曲线的最高浓度的净强度相对标准偏差不超过 1.5%；
- d) 在不少于 2h 内，间隔 15 min 以上，重复测量 6 次待测元素的校准曲线的最高浓度的净强度相对标准偏差不超过 3%。

### 6.2 单刻度容量瓶、分度吸量管、单标线吸量管

单刻度容量瓶、分度吸量管和单标吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的要求。

### 6.3 电子天平

精度为0.0001g。

### 6.4 烘箱

控温精度 $\pm 1$  °C。

## 7 取样和制样

按照 YB/T 5304 的规定进行试样的采取和制备，试样应全部通过筛孔为 0.125 mm 的标准筛。

## 8 试验步骤

### 8.1 测定次数

对同一试样，至少独立测定2次。

### 8.2 试料

称取试样0.1000 g，精确至0.000 1 g。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验测定，所用试剂应取自同一试剂瓶。

### 8.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品/物质。

### 8.5 测定

#### 8.5.1 试液的制备

将试料（8.2）置于250 mL锥形瓶中，以约10 mL水冲洗瓶壁，分散后，加入5 mL 浓盐酸（5.4），置于电热板上加热至试样消解完全，取下冷却至室温，移入500 mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

#### 8.5.2 校准曲线标准溶液的配制

向8个编号的100 mL容量瓶中分别移取5.4 mL钒元素标准储备溶液（5.5.2），再按表1加入对应体积的钠元素标准储备溶液（5.5.1），以纯水定容，制备8个浓度梯度的校准溶液。

注：校准标准溶液中的钒基体以钒酸钠分子式中钒的理论摩尔质量百分数约为27%（体积浓度约为54  $\mu\text{g/mL}$ ）。

表 1 钠元素系列校准溶液

序号	钠			
	标准储备溶液		校准溶液	
	浓度(mg/mL)	分取体积(mL)	浓度( $\mu\text{g/mL}$ )	对应含量 (%)
1	1.00	4.00	40.00	20.00
2	1.00	6.00	60.00	30.00

3	1.00	6.80	68.00	34.00
4	1.00	7.00	70.00	35.00
5	1.00	7.20	72.00	36.00
6	1.00	7.40	74.00	37.00
7	1.00	7.50	75.00	37.50
8	1.00	8.00	80.00	40.00

### 8.5.3 仪器的准备和确认

#### 8.5.3.1 准备

开启电感耦合等离子体原子发射光谱仪及其附属设备，点燃等离子体，直至仪器运行状态稳定。

#### 8.5.3.2 参数设置

待测元素的推荐分析谱线、背景校正区域和检测积分区域见表2，电感耦合等离子体原子发射光谱仪推荐工作参数见表3。

表2 待测元素的推荐分析谱线、背景校正区域和检测积分区域

推荐分析谱线 (nm)	左背景校正区域 (nm)	右背景校正区域 (nm)	检测积分区域 (nm)
589.592	589.520~589.540	589.640~589.660	589.580~589.600
330.237	330.196~330.206	330.230~330.245	330.230~330.240

表3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪推荐工作参数

射频功率 (W)	观测高度 (mm)	辅助气流量 (L/min)	泵速 (rpm)	积分时间 (s)	雾化器压力 (MPa)
750	11.6	1.0	60	10	0.26

#### 8.5.3.3 确认

电感耦合等离子体发射光谱仪性能指标应符合6.1.3的要求。

### 8.5.4 测量

#### 8.5.4.1 校准曲线的绘制

仪器准备和确认完成后，按照校准曲线标准溶液(8.5.2)浓度由低至高依次测量钠元素的光谱强度，每次测量之间吸入水或稀盐酸溶液冲洗，每个浓度的试液应重复测量至少3次，取3个读数的平均值。以分析谱线的光谱信号强度值减去同步背景信号强度的净强度值作为纵坐标、校准溶液中待测元素的浓度值作为横坐标绘制校准曲线。计算相关系数，相关系数应大于0.999。

#### 8.5.5 试液的测定

在与8.5.4相同条件下测量空白试液(8.3)和试样溶液(8.5.1)的光谱强度，每次测量之间吸入水冲洗，试液应重复测量至少3次。取3个读数的平均值，计算机采集所测定的试样溶液中待测元素分析谱线的净强度信号，由校准曲线(8.5.4)计算出元素在溶液中的含量结果。

## 9 分析结果及其表示

### 9.1 结果计算

根据试液的光谱信号净强度值从校准曲线的回归方程中分别计算被测元素钠的浓度值，按式（1）计算试样中钠元素的含量 $\omega_{Na}$ ，以质量分数（%）表示。

$$\omega_{Na} = \frac{V \times (c - c_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\omega_{Na}$ ——试液中钠元素的含量，单位为质量分数（%）；

$V$  ——试液的体积，单位为毫升（mL）；

$C$  ——试液中钠元素的浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$c_0$  ——空白试液中钠元素的浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$  ——试料质量，单位为克（g）。

### 9.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立测定的分析结果差值的绝对值不大于重复性限  $r$ ，则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立测定的分析结果差值的绝对值大于重复性限  $r$ ，则按附录 B 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果应按 GB/T 8170 的规定修约至小数点后 1 位。

## 10 精密度

本文件的精密度数据是在 2024 年由 8 个实验室，对 5 个水平的钠元素含量进行共同试验确定。每个实验室对每个水平的钠元素含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下独立测定 3 次。测定结果按 GB/T 6379.2 进行统计分析，统计结果表明钠元素质量分数与其重复性限  $r$  和再现性限  $R$  之间存在函数关系，精密度函数关系式见表 4。共同精密度试验数据见附录 C。

表 4 精密度函数关系式

元素	质量分数 $\omega$ /%	重复性限 $r$ /%	再现性限 $R$ /%
Na	20.0~40.0	$\lg r = -2.5501 + 1.4281 \lg \omega$	$R = 0.18499 + 0.01067\omega$

## 11 试验报告

试验报告应包括但不限于下列内容：

- 实验室名称和地址；
- 试验报告发布日期；
- 采用标准；
- 样品识别必要的详细说明；
- 分析结果；
- 结果的测定次数；

g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

## 附 录 A

(规范性)

## 电感耦合等离子体原子发射光谱仪性能试验

## A.1 目的

本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体原子发射光谱仪的性能进行适当的测定，允许不同的仪器使用不同的操作条件，但等离子体光谱仪最终能产生一致的结果。

性能试验结果涉及三个基本参数：检出限（DL），相对标准偏差（RSD）和分析谱线光谱带宽。

## A.2 校准溶液

制备3份与待测样品相似浓度的酸、基体元素的溶液，含待测元素浓度分别为：0浓度水平（0×DL），10倍检测限（10×DL），1000倍检测限（1000×DL）。制备校准的检出限可以是实验室值或是表B.1给出的估计值。

注：对于试样溶液中元素浓度高于 5000×DL，RSD 是唯一的需要评价的性能参数。

## A.3 程序和操作

按仪器说明书和实验室定量分析的实践经验对等离子体原子发射光谱仪进行最初的调节。

吸入空白试液，以预设积分时间测定10次。

吸入10倍检测限试液，以预设积分时间测定10次。

吸入 1000 倍检测限试液，以预设积分时间测定 10 次。

## A.4 检出限的确定

由空白试液和 10 倍检出限溶液的平均强度、10 倍检出限溶液的浓度和空白试液单次溶液强度，按式（A.1）计算分析曲线的斜率，按式（A.2）计算 10 次空白强度读数的标准偏差（ $S_b$ ），按式（A.3）计算检出限（DL）。

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：

$M$ ——校准曲线的斜率，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$C_2$ ——10 倍检出限溶液的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$I_2$ ——10 倍检出限溶液 10 次原始净强度读数的平均值；

$I_b$ ——空白试液 10 次净强度读数的平均值。

$$S_b = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots(A.2)$$

式中：

$S_b$ ——10 次空白强度读数的标准偏差；

$x_i$ ——空白试液单次测量值；

$\bar{x}$ ——空白试液测量值平均值；

$n$ ——测量次数， $n=10$ 。

$$DL = 3S_b M \dots\dots\dots(A.3)$$

式中：

DL——检出限，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$S_b$ ——10次空白强度读数的标准偏差；

$M$ ——校准曲线的斜率。

#### A.6 相对标准偏差的确定

按式（A.4）计算净强度相对标准偏差。

$$\text{RSD} = \frac{1}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中：

RSD——相对标准偏差，%；

$x_i$ ——单次测量值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\bar{x}$ ——测量值平均值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$n$ ——测量次数。

#### A.7 光谱带宽

吸入 $5 \mu\text{g/mL}$ 的待测元素标准溶液，测量待测元素分析谱线，计算谱线的半峰宽。

附录 B  
(规范性)  
试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图见 B.1。

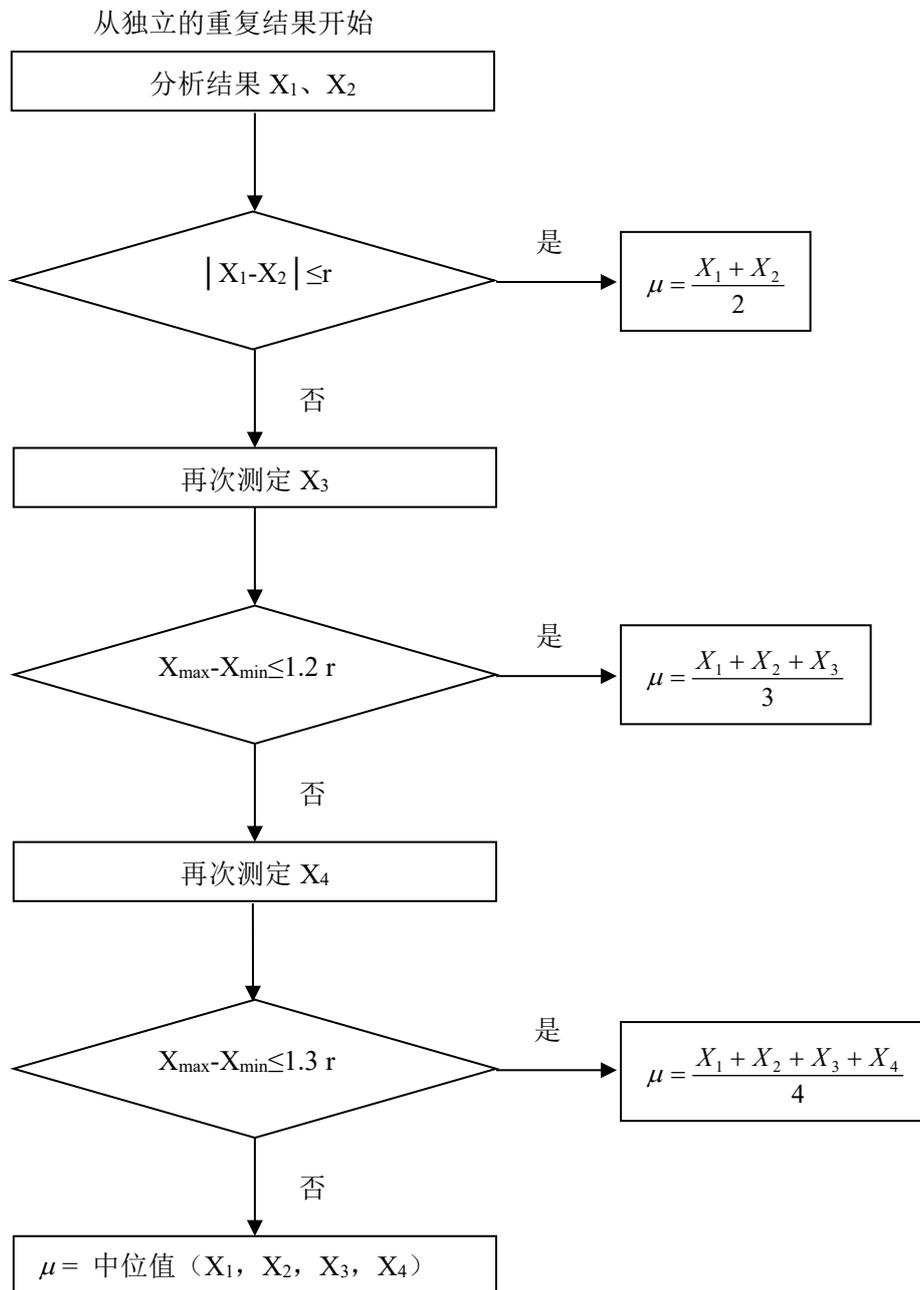


图 B.1 试样分析结果接受程序流程图

附录 C  
(资料性)  
共同精密度试验数据

共同精密度试验于 2024 年由 8 个实验室对钒酸钠中 6 个水平的钠含量进行共同分析测定，每个实验室对每个水平的待测元素含量在重复性条件下独立测定 3 次，精密度试验原始数据见表 C.1。

表 C.1 精密度试验原始数据

实验室 i	水平 j				
	1	2	3	4	5
1	18.39	25.64	31.91	37.26	39.08
	18.41	25.46	32.12	37.31	39.10
	18.29	25.60	32.58	37.23	39.02
2	18.57	25.47	32.68	37.11	39.69
	18.72	25.68	32.68	37.62	39.22
	18.85	25.68	32.21	37.00	39.72
3	18.51	25.20	32.65	37.35	39.38
	18.49	25.35	32.53	37.32	39.44
	18.41	25.12	32.74	37.41	39.42
4	18.25	25.27	32.36	37.62	39.50
	18.30	25.26	32.46	37.37	39.30
	18.24	25.32	32.45	37.36	39.61
5	18.36	25.47	32.51	37.27	39.47
	18.47	25.32	32.65	37.85	39.24
	18.54	25.45	32.46	37.45	39.38
6	18.45	25.55	32.46	37.47	39.46
	18.51	25.59	32.44	37.64	39.17
	18.41	25.46	32.44	37.39	39.53
7	18.44	25.51	32.54	37.54	39.56
	18.45	25.57	32.51	37.49	39.32
	18.43	25.48	32.52	37.52	39.32
8	18.45	25.53	32.33	37.67	39.74
	18.48	25.42	32.44	37.62	39.85
	18.47	25.49	32.54	37.74	39.26