中华人民共和国国家标准

钒化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量

UDC 669, 282 :543, 062

GB 8639.2-88

Vanadium— Determination of chromium content— Diphenylcarbazide spectrophotometric method

本标准适用于金属钒中铬量的测定。测定范围:0.004%~0.20%。 本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以硫酸和硝酸溶解,在 0.6 mol/L 硫酸酸度下,用铜铁试剂-三氯甲烷萃取分离钒、铁等元素,在 0.1 mol/L 硫酸介质中,加二苯基碳酰二肼与铬生成红色络合物,于分光光度计波长 540 nm 处测其 吸光度。

2 试剂

制备溶液及分析用水均为二次蒸馏水。

- 2.1 三氯甲烷。
- 2.2 过硫酸铵。
- 2.3 无水亚硫酸钠。
- 2.4 硫酸(1+2),高纯。
- 2.5 硫酸 [c(H,SO,) = 1 mol/L],高纯。
- 2.6 硝酸(1+1),高纯。
- 2.7 硝酸(ρ1.42 g/mL),高纯。
- 2.8 氢氧化钠溶液(20%),贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.9 氢氧化钠溶液(c(NaOH) = 0.1 mol/L]。
- 2.10 尿素溶液(10%)。
- 2.11 高锰酸钾溶液(0.1%)。
- 2.12 亚硝酸钠溶液(10%)。
- 2.13 铜铁试剂溶液(6%)。用时现配,过滤使用。
- 2.14 二苯基碳酰二肼溶液(0.25%): 称取 0.25 g 二苯基碳酰二肼溶解于 100 mL 丙酮中,混匀。
- 2.15 铬标准溶液:
- 2.15.1 称取 0.282 9 g 预先在 105 C 烘干 2 h 的重铬酸钾(基准试剂),用水溶解,移入 1 000 mL 容量框中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 ug 铬。
- 2.15.2 移取 10.00 mL 镕标准溶液 (2.15.1) 于 100 mL 饶杯中, 加 2 mL 硫酸 (2.5), 加约 0.2 g 无水亚硫酸钠 (2.3), 将骆还原为三价, 然后移入 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铬。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

试样应诵讨 0.351 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取 0.250 0 g 试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

- 5.3 测定
- 5.3.1 将试样 (5.1) 置于 200 mL 烧杯中,加人 10 mL 硝酸 (2.6),立即盖好表皿,待反应平稳,加人 25 mL 硫酸 (2.4),加热至胃硫酸烟 $1\sim2$ min,取下冷却,沿杯壁加入 50 mL 水,加热溶解盐类,加入约 0.2 g 过硫酸铵 (2.2) 将钒氧化,继续加热煮沸至胃大气泡后,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度、混匀。
- $_{/}$ 5. 3. 2 移取 20.00 mL 试液 (5. 3. 1) 置于 125 mL 分液漏斗中,加入 15 mL 水,10 mL 铜铁试剂 (2. 13) 和 15 mL 三氯甲烷 (2. 1),立即振荡 1~2 min,静置分层,弃去有机相;再加入 5 mL 铜铁试剂 (2. 13) 和 10 mL 三氯甲烷 (2. 1),立即振荡 1~2 min,静置分层,弃去有机相;加入 10 mL 三氯甲烷 (2. 1),立即振荡 1~2 min,静置分层,弃去有机相;再加入 10 mL 三氯甲烷 (2. 1),立即振荡 1~2 min,静置分层,弃去有机相。
- 5.3.3 将水相(5.3.2)移入150 mL 烧杯中,用少量水洗涤分液漏斗,在低温电炉上加热至刚冒硫酸烟,取下,立即沿杯壁加入2~3 mL 硝酸(2.7),继续加热至冒硫酸烟,取下稍冷,再加入2~3 mL 硝酸(2.7),继续加热至冒硫酸烟,取下稍冷,加入20 mL 水,加热溶解盐类,取下冷却至室渴。
- 5.3.4 用氢氧化钠溶液调 pH 至 $2\sim3$,加入 5 mL 硫酸(2.5),滴加高锰酸钾溶液(2.11)至呈现红色,保持体积 20 mL 左右,加热煮沸 $5\sim7$ min,使铬氧化完全,取下,冷却至室温。加 5 mL 尿素溶液(2.10),在不断振动下,滴加亚硝酸钠溶液(2.12)至红色消失。
- 5.3.5 将溶液(5.3.4)移入50 mL 容量瓶中,调至体积约40 mL,加入3 mL 二苯基碳酰二肼(2.14)以水稀释至刻度,混匀,放置10 min。
- 5.3.6 将部分溶液(5.3.5)移入0.5或3cm比色皿中,以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长540nm处测其吸光度,从工作曲线上查出相应格量。
 - 5.4 工作曲线的绘制
- 5.4.] 称取 0.5000 g 统金属钒(不含铬),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(2.6),立即盖上表皿,符反应平稳,加入 50 mL 硫酸(2.4),以下按 5.3.1 款操作,移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

水稀释至 35 mL,加入 10 mL铜铁试剂 (2.13),以下按 $5.3.2 \sim 5.3.5$ 款操作,将部分溶液移入 0.5 cm 比色皿中,以零浓度为参比,于分光光度计波长 540 nm 处测其吸光度,以铬量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果计算

按式(1)计算格的百分含量:

式中: m, ---自工作曲线上查得的铬量, μg;

m。----试样量, g;

r ----- 试液分取比。

分析结果表示到小数点后三位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

	70
幣 量	允 许 差
0. 004 0~0. 010	0.002
>0.010~0.050	0.004
>0.050~0.120	0.008
>0.120~0.200	0. 016

附加说明:

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准由锦州铁合金厂起草。

本标准主要起草人景淑贤、狄凤桐。