

中华人民共和国黑色冶金行业标准

五氧化二钒化学分析方法 原子吸收分光光度法测定 氧化钾和氧化钠量

YB/T 5335—2006
(GB/T 7315.8—1987 调整)

Methods for chemical analysis of vanadium pentoxide
The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of sodium oxide
and potassium oxide contents

本标准适用于五氧化二钒中氧化钠和氧化钾量的测定。测定范围：氧化钠和氧化钾量 0.30～2.00%。

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

试样以盐酸溶解，用原子吸收标准曲线法进行测定。试样中共存杂质元素均不干扰测定。

2 试剂

2.1 盐酸(ρ , 1.19g/mL)。

2.2 盐酸(1+4)。

2.3 盐酸(1+9)。

2.4 氧化钾标准溶液

2.4.1 称取 0.1583g 预先经 500℃灼烧 0.5h、置于干燥器中冷却至室温的基准氯化钾，溶于水中，加入 10mL 盐酸(2.2)，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶内储存备用。此溶液 1mL 相当于 100 μ g 氧化钾。

2.4.2 移取 10.00mL 氧化钾标准溶液(2.4.1)，置于 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 相当于 10 μ g 氧化钾。

2.5 氧化钠标准溶液

2.5.1 称取 0.1886g 预先经 500℃灼烧 0.5h、置于干燥器中冷却至室温的基准氯化钠，溶于水中，加入 10mL 盐酸(2.2)，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中储存备用。此溶液 1mL 相当于 100 μ g 氧化钠。

2.5.2 移取 10.00mL 氧化钠标准溶液(2.5.1)，置于 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 相当于 10 μ g 氧化钠。

2.6 五氧化二钒溶液

称取 1.000g 高纯五氧化二钒，溶于 40mL 盐酸(1+1)中，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 10mg 五氧化二钒。

3 仪器

原子吸收分光光度计

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标者均可使用(仪器工作条件见附录 B)。

最低灵敏度:工作曲线中所用最高浓度标准溶液吸光度应不低于 0.25。

工作曲线线性:五个等差浓度标准溶液中最高与次高浓度标准溶液吸光度的差值不低于最低浓度标准溶液与零浓度标准溶液吸光度差值的 0.9 倍。

最低稳定性:工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度标准溶液多次测量所得的吸光度,相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数(见附录 A 补充件)应分别不大于 2.00%和 0.80%。

4 试样

4.1 试样应通过 0.125mm 筛孔。

4.2 试样预先在 105~110℃烘 2h,置于干燥器中,冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取 0.1000g 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 100mL 烧杯中,加入 20mL 盐酸(2.2),加热使其溶解,取下,冷却至室温,移入 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 分取试液(5.3.1),置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

表 1

氧化钠量	氧化钾量	分取试样体积	绘制工作曲线补加盐酸(2.3)体积	加入五氧化二钒溶液(2.6)体积
%		mL		
<1.00		10.00	2.00	1.00
>1.00		5.00	1.00	0.50
	<0.30	50.00	10.00	5.00
	>0.30	25.00	5.00	2.50

注:随同试样空白溶液的分取量和试液一致。

5.3.3 于原子吸收分光光度计波长 589.0nm 和 766.5nm 处,在空气-乙炔火焰中,选择仪器最佳工作条件,以水调零,分别测量氧化钠、氧化钾的吸光度(每个试液至少测量三次,取其平均值),减去相应随同试样空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的氧化钠、氧化钾浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 于一组 100mL 容量瓶中,分别加入 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 氧化钠标准溶液(2.5.2)。按表 1 分别补加盐酸(2.3)和五氧化二钒溶液(2.6),用水稀释至刻度,混匀。按 5.3.3 同样条件分别测量其吸光度,减去零浓度标准溶液的吸光度,以氧化钠浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制氧化钠工作曲线。

5.4.2 于一组 100mL 容量瓶中,分别加入 0、3.00、6.00、9.00、12.00、15.00mL 氧化钾标准溶液