

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 钼蓝分光光度法测定硅量

YB/T 5329—2006

(GB/T 7315.2—1987 调整)

Methods for chemical analysis of vanadium pentoxide The molybdenum blue spectrophotometric method for the determination of silicon content

本标准适用于五氧化二钒中硅量的测定。测定范围:0.100~0.700%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以氢氧化钠熔融,硫酸酸化,用亚硫酸钠还原钒(V)成钒(IV)以消除五价钒对测定的影响。在适当酸度下,加钼酸铵使其生成硅钼黄,加入硫酸-草酸混合酸消除磷、砷的干扰,加入硫酸亚铁铵溶液,使硅钼黄还原成硅钼蓝,进行分光光度法测定。

2 试剂

2.1 氢氧化钠(优级纯)。

2.2 硫酸(1+1)。

2.3 亚硫酸钠溶液(10%)。

2.4 氯化钠溶液(5%)。

2.5 钼酸铵溶液(5%),过滤后使用。

2.6 硫酸-草酸混合酸:称取 50g 草酸,置于 2000mL 烧杯中,加入 500mL 水,徐徐加入 200mL 硫酸(ρ , 1.84g/mL),溶解后,加入 1300mL 水,混匀。冷却至室温。

2.7 硫酸亚铁铵溶液(6%):100mL 中含有 5mL 硫酸(ρ , 1.84g/mL),过滤后使用。

2.8 硅标准溶液

2.8.1 称取 1.0697g 预先在 105~110°C 烘 1h 并于干燥器中冷却至室温的纯二氧化硅,置于预先盛有 6g 碳酸钠(不含二氧化硅)的铂坩埚中,搅匀并覆盖少量碳酸钠,于 900°C 高温炉中熔融 15min,取出冷却,置于 400mL 聚四氟乙烯烧杯中用热水浸出融块并使其溶解,用水洗净坩埚,冷却,移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,再倒入 500mL 干塑料瓶中备用。此溶液 1mL 含 1.0mg 硅。

2.8.2 移取 10.00mL 硅标准溶液(2.8.1)于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。再倒入干塑料瓶中备用。此溶液 1mL 含 0.1mg 硅。

3 试样

3.1 试样应通过 0.125mm 筛孔。

3.2 试样预先在 105~110°C 烘 2h,置于干燥器中,冷却至室温。