

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 10 部分。

本标准是对 GB/T 6609.10—1986《氧化铝化学分析方法 苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定五氧化二钒含量》的修订。本次修订进行了编辑性整理外,还对部分试验条件进行了重新验证,并修改了部分试剂的配制浓度。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.10—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司河南分公司起草。

本标准主要起草人:梁倩、阎晋钢、任联营、白文静、石勇。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6609.10—1986。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定五氧化二钒含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中五氧化二钒的测定方法。

本标准适用于氧化铝(铜小于0.01%、铬小于0.65%)中五氧化二钒含量的测定。

测定范围:0.000 2%~0.015%。

2 方法原理

试剂用硼酸—碳酸钠熔融,在硫酸介质中,用高锰酸钾将钒氧化为五价,加入苯甲酰苯基羟胺—三氯甲烷溶液萃取五价钒,于分光光度计波长440 nm处测其吸光度。

3 试剂

3.1 硼酸:优级纯。

3.2 无水碳酸钠:优级纯。

3.3 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 亚硝酸钠溶液(5 g/L)。

3.6 高锰酸钾溶液(3 g/L)。

3.7 尿素溶液(200 g/L)。

3.8 苯甲酰苯基羟胺(BPHA)溶液:称取0.20 g BPHA溶于80 mL三氯甲烷和20 mL无水乙醇的混合溶液中,混匀。

3.9 五氧化二钒标准贮存溶液:称取1.000 0 g基准试剂五氧化二钒(预先经110℃烘1 h后,置于干燥器中冷却至室温)于250 mL烧杯中,加入20 mL氢氧化钠溶液(50 g/L),待五氧化二钒溶解后,加入12 mL硫酸(3.4)酸化,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg五氧化二钒。

3.10 五氧化二钒标准溶液:移取50.00 mL五氧化二钒标准贮存溶液(3.9)于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μ g五氧化二钒。

3.11 五氧化二钒标准溶液:移取50.00 mL五氧化二钒标准溶液(3.10)于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 μ g五氧化二钒。

4 仪器、装置及器具

4.1 铂坩埚:50 mL,带盖。

4.2 分光光度计。

4.3 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。

5 试样

5.1 试样应通过0.125 mm孔径筛网。

5.2 试样应在300℃ \pm 10℃烘箱中烘2 h,并置于干燥器(4.3)中,冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试剂

称取 1.000 0 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试剂(6.1)作空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试剂(6.1)置于铂坩埚(4.1)中,加入 2.60 g 无水碳酸钠(3.2)和 1.00 g 硼酸(3.1),用铂匙搅匀,盖上坩埚盖,将铂坩埚置于约 800℃ 的高温炉中,缓慢升温至 1 000℃ ± 20℃,熔融 20 min,取出稍冷。随同试剂空白直接于 1 000℃ 熔融 3 min,取出稍冷。

6.4.2 向坩埚中加入少量沸水,加热至近沸使熔块全部溶解,将溶液移入 100 mL 烧杯中,用热水洗净坩埚,洗液并入烧杯中,加入 17.0 mL(随同试剂空白加入 12.5 mL)硫酸(3.4),用玻璃棒搅拌的同时,在电热板上加热至全部溶解,再煮沸 1 min,取下冷却,移入 250 mL 分液漏斗中,加水至溶液体积约为 90 mL。

6.4.3 向分液漏斗中加入二滴高锰酸钾溶液(3.6),混匀。如果红色消失,再补加二滴高锰酸钾溶液(3.6)直至溶液呈红色为止,放置 10 min 后,加入 5 mL 尿素溶液(3.7),在摇动分液漏斗的同时,滴加亚硝酸钠溶液(3.5),直至红色消失,再振荡 10 s,使过剩的亚硝酸钠分解,加入 3.0 mL 磷酸(3.3),混匀。加入 10.0 mL BPHA 溶液(3.8),萃取 3 min,静置分层后,放出少许有机相,冲洗活塞孔中的水相,用干滤纸卷擦分液漏斗颈,根据五氧化二钒的含量,将有机相放入 1 cm 或 2 cm 吸收池中,以 BPHA 溶液(3.8)为参比,于分光光度计波长 440 nm 处测其吸光度。

6.4.4 将所测吸光度减去随同试剂空白溶液的吸光度后,从相应的工作曲线上查出五氧化二钒量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 于一组 250 mL 分液漏斗中,各加入 50 mL 水、10 mL 硫酸(3.4),分别加入 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 五氧化二钒标准溶液(3.11),用水稀释至体积约为 90 mL。以下按 6.4.3 进行(2 cm 吸收池)。将所得的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度,以五氧化二钒量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6.5.2 于一组 250 mL 分液漏斗中,各加入 50 mL 水、10 mL 硫酸(3.4),分别加入 0、3.00、7.00、9.00、12.00、15.00 mL 五氧化二钒标准溶液(3.11),用水稀释至体积约为 90 mL。以下按 6.4.3 进行(1 cm 吸收池)。将所得的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度,以五氧化二钒量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算五氧化二钒含量 $w(V_2O_5)$ (%) :

$$w(V_2O_5) = \frac{m_1}{m_2 \times 10^6} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的五氧化二钒的量,单位为微克(μg);

m_2 ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

$w(\text{V}_2\text{O}_5)$	(%)	0.000 23	0.004 1	0.014 9
重复性限 r	(%)	0.000 07	0.000 8	0.001 2

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

%

$w(\text{V}_2\text{O}_5)$	允许差
0.000 20~0.000 50	0.000 16
>0.000 5~0.001 5	0.000 3
>0.001 5~0.003 0	0.000 8
>0.003 0~0.006 0	0.001 2
>0.006 0~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.015 0	0.002 0

9 质量保证与控制

在分析时,应用国家标准样品或行业级标样进行校核,或至少每年校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。