

UDC 669.292 : 543.062
H 14



中华人民共和国国家标准

GB 8639.6—88

钒化学分析方法 正丁醇萃取光度法测定硅量

Vanadium—Determination of
silicon content—N-butyl alcohol extraction
spectrophotometric method

1988-02-08 发布

1989-01-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

中华人民共和国国家标准

钒化学分析方法 正丁醇萃取光度法测定硅量

UDC 669.292
:543.062

GB 8639.6—88

Vanadium— Determination of
silicon content— N-butyl alcohol extraction
spectrophotometric method

本标准适用于金属钒中硅量的测定。测定范围:0.002%~0.100%。

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

试样以稀硝酸分解,在一定酸度下硅酸与钼酸铵生成硅钼黄杂多酸,以草酸及硫酸消除磷、砷的干扰,以正丁醇萃取硅钼黄,用硫酸亚铁铵及抗坏血酸的混合溶液还原成硅钼蓝杂多酸,于分光光度计波长 700 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 正丁醇。

2.2 硝酸(1+3),优级纯。

2.3 亚硫酸钠溶液(10%)。

2.4 钼酸铵溶液(5%),过滤后使用。

2.5 草酸溶液(4%)。

2.6 硫酸(1+1)。

2.7 还原剂:称 4.0 g 抗坏血酸、0.2 g 硫酸亚铁铵,以水溶解并稀释至 100 mL,加数滴硫酸(当天配制)。

2.8 硅标准溶液:

2.8.1 称取 0.107 0 g 高纯二氧化硅(预先在 105~110℃烘箱中烘 1 h)与 6 g 无水碳酸钠(基准试剂),于铂坩埚中混匀,置于 900℃的高温炉中熔融 15 min,取出冷却,置于 250 mL 塑料烧杯中,以水浸出。移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于塑料瓶中备用。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

2.8.2 移取 25.00 mL 硅标准溶液(2.8.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于塑料瓶中备用。此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

2.8.3 移取 10.00 mL 硅标准溶液(2.8.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 硅。

3 仪器

分光光度计。