

UDC 669.292 : 543.062
H 14



中华人民共和国国家标准

GB 8639.2—88

钒化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量

Vanadium—Determination of
chromium content—Diphenylcarbazide
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 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量

UDC 669.292
: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 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$]，高纯。
- 2.6 硝酸(1+1)，高纯。
- 2.7 硝酸 ($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)，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 [$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$]。
- 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 0.2829 g 预先在 105℃ 烘干 2 h 的重铬酸钾(基准试剂)，用水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铬。

2.15.2 移取 10.00 mL 铬标准溶液(2.15.1)于 100 mL 烧杯中，加 2 mL 硫酸(2.5)，加约 0.2 g 无水亚硫酸钠(2.3)，将铬还原为三价，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。