

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 917-1997

炭素材料钒的比色测定

Carbonaceous materials—Determination
of vanadium content—Colorimetric method

1997-02-19发布

1997-07-01实施

中华人民共和国冶金工业部 发布

前　　言

本标准此次修订在下列条文中略有改变：

——增加了测定范围。

——原标准第4条中，取消了“试样在灰化时加入1% Na_2SO_4 ”。

本标准从生效之日起，同时代替YB 917—78。

本标准由冶金工业部信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位：吉林炭素厂。

本标准主要起草人：高娟。

本标准1978年3月首次发布。

中华人民共和国黑色冶金行业标准

炭素材料钒的比色测定

YB/T 917—1997

Carbonaceous materials—Determination
of vanadium content—Colorimetric method

代替 YB 917—78

1 范围

本标准规定了炭素材料钒的比色测定的仪器设备、分析步骤及试验结果计算。

本标准适用于石墨阳极等炭素材料钒含量的测定。测定范围:0.2 ppm~12 ppm。

2 方法提要

将试样灰化除炭,以浓硫酸和氢氟酸分解灰分,加入高锰酸钾,N-苯甲酰苯胲(简称 BPHA)生成有色络合物,用分光光度计测定吸光度。

3 试剂

- 3.1 N-苯甲酰苯胲混合有机溶剂:将苯和氯代苯按1:1体积比混合(含BPHA 0.25%)。
- 3.2 硫酸铝溶液(50%):称取硫酸铝50 g,加100 mL水,加热溶解,冷却过滤使用。
- 3.3 硫酸钠溶液(5%):称取硫酸钠5 g,以少量水溶解后,加水稀释至100 mL。
- 3.4 高锰酸钾溶液(0.1%):称取0.1 g高锰酸钾以少量水溶解后,加水稀释至100 mL。
- 3.5 稀硫酸(5 mol):取浓硫酸(密度1.84)28 mL,缓慢倒入72 mL水中混合。
- 3.6 过氧化氢溶液(10%):取10 mL 30%过氧化氢溶液加90 mL水混合(现用现配)。
- 3.7 氢氟酸溶液(40%)
- 3.8 钒标准溶液:称取0.2296 g光谱纯的钒酸铵(NH₄VO₃),置于烧杯中,加水25 mL,浓盐酸45 mL,充分搅拌完全溶解,然后倒入100 mL容量瓶内,以水稀释至刻度线摇匀,取该标准溶液1 mL于100 mL容量瓶内,以水稀释至刻度线,摇匀。该标准溶液10 μg/mL。

4 仪器设备

- 4.1 容量瓶:100 mL
- 4.2 分液漏斗:50 mL
- 4.3 移液管:2 mL、5 mL
- 4.4 滴定管:25 mL
- 4.5 离心机:5~40 r/min
- 4.6 振荡机:240次/min
- 4.7 高温炉:带有调温装置,能保持炉温850°C±10°C
- 4.8 分析天平:感量0.1 mg
- 4.9 分光光度计:适用于在530 nm波长测量,并带有比色皿。