

UDC 669.292 : 543.062
H 14



中华人民共和国国家标准

GB 8639.3—88

钒化学分析方法 CAS-TPC 光度法测定铝量

Vanadium—Determination of
aluminium content—CAS-TPC
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 CAS-TPC 光度法测定铝量

UDC 669.292
:543.062

GB 8639.3—88

Vanadium—Determination of
aluminium content—CAS-TPC
spectrophotometric method

本标准适用于金属钒中铝量的测定。测定范围:0.003%~0.10%。

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

试样以硝酸、硫酸溶解,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 pH5.8 的乙酸-乙酸钠介质中,加入铬天青 S 和氯化十四烷基吡啶使其与铝显色,于分光光度计波长 630 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 硝酸(ρ 1.42 g/mL),高纯。
- 2.3 硝酸(1+1),高纯。
- 2.4 硫酸(1+1),高纯。
- 2.5 盐酸(1+19),高纯。
- 2.6 抗坏血酸溶液(1%),用时现配。
- 2.7 氨水(1+1),高纯。
- 2.8 铜铁试剂溶液(6%)。用时现配,过滤使用。
- 2.9 邻菲罗啉溶液(1%):称取 1 g 邻菲罗啉,用 100 mL 温水并加入 2~3 滴盐酸(ρ 1.19 g/mL)溶解,混匀。
- 2.10 CAS(0.03%)-TPC(0.2%)溶液:称取 0.3 g 铬天青 S(CAS)和 2 g 氯化十四烷基吡啶(TPC)分别溶于少量水中,然后合并,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 2.11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取 150 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{CONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于 400 mL 水中,加入 6 mL 冰乙酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 pH 为 5.8。
- 2.12 2,4-二硝基酚溶液(0.1%):称取 0.1 g 2,4-二硝基酚溶于 100 mL 乙醇中,混匀。
- 2.13 铝标准溶液:
 - 2.13.1 称取 0.100 0 g 纯铝(纯度>99.9%),置于 250 mL 聚乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(20%),置于沸水浴中加热溶解,加入 100 mL 水,用盐酸(1+1)酸化并过量 5 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铝。
 - 2.13.2 移取 10.00 mL 铝标准溶液(2.13.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(1+1),用水稀释