

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 547.4—1995

钒渣化学分析方法 酸碱容量法和钼磷钼蓝光度法 测定磷量

Methods for chemical analysis of vanadium slag
The alkalimetric and reduced molybdobismuthylphosphoric acid
photometric method for the determination of phosphorus content

1995-04-24 发布

1995-10-01 实施

中华人民共和国冶金工业部 发布

前 言

随着我国钒渣的生产量和进出口量不断增加,原标准 YB 547—67(试行)钒渣化学分析方法已不能满足实际生产需要,为了加强行业管理、适应市场经济和质量监督的需要,制订了本行业标准。

酸碱容量法测定钒渣中磷量的方法主要参考 GB 6730.20—86 和 GB 223.61—88。我们针对钒渣的特点和干扰元素的限量,重点研究了消除干扰的方法,并在试验过程中严格控制加还原剂时溶液的温度($30\pm 2^{\circ}\text{C}$)和磷钼酸铵生成的最佳温度,同时还应控制沉淀过滤前将所用溶液冷却至 20°C 以下。经改进后,方法更加严密可靠。从所列数据表明,不但精密度高,而且准确度好。适用于钒渣及含高钒试样,标样的分析。

钼磷钼蓝光度法测定钒渣中磷量的方法主要参考 ISO 4687:1984(E)和 GB 6730.19—86,经过改进后用于钒渣分析,即:将酸溶碱熔试样改为过氧化钠一次性全熔处理试样;将挥硅挥砷等试液处理改为直接分液显色;将显色酸度 $0.8\text{ mol/L} [c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)]$ 提高到约 1.5 mol/L ,同时辅以适宜的酸钼比值来避开高硅与高钛的干扰;以焦亚硫酸钠预还原铁、钒、铬和定量的砷;引入阿拉伯树胶改善线性、扩大量程和提高钼蓝稳定性。50 mL 显色液中 $0\sim 100\ \mu\text{g}$ 磷量符合比耳定律。在 $30\sim 35^{\circ}\text{C}$,钼磷钼蓝 5 min 显色完全,放置 24 h 吸光值不变。

YB/T 547《钒渣化学分析方法》包括 4 个部分,本标准为第 4 部分。

自本标准实施之日起,YB 547—67《钒渣化学分析方法》中磷量的测定作废。

本标准由冶金部信息标准研究院提出。

本标准由冶金部信息标准研究院归口。

本标准由马鞍山钢铁股份有限公司起草。

酸碱容量法测定磷量标准主要起草人刘荫兰、王书玲。

钼磷钼蓝光度法测定磷量标准主要起草人朱克江。

本标准 1967 年 8 月 1 日首次发布。

中华人民共和国黑色冶金行业标准

钒渣化学分析方法
酸碱容量法和钼磷钼蓝光度法
测定磷量

YB/T 547.4—1995

代替 YB 547—67

Methods for chemical analysis of vanadium slag
The alkalimetric and reduced molybdobismuthylphosphoric acid
photometric method for the determination of phosphorus content

1 范围

本标准规定了以下两个方法测定钒渣中磷量。方法一 酸碱容量法,测定范围: $>0.30\% \sim 0.80\%$ 。
方法二 钼磷钼蓝光度法,测定范围: $0.05\% \sim 0.50\%$ 。

本标准适用于钒渣中磷量的测定。

2 方法一 酸碱容量法测定磷量

2.1 方法提要

试样以硝酸、高氯酸分解,盐酸、氢溴酸除砷,过滤,滤液除铬。残渣以高氯酸、氢氟酸除硅,碱熔,稀硝酸浸取与主液合并,再用氢氟酸掩蔽钛、锆等元素。在含有适量硝酸和硝酸铵的条件下,用盐酸羟胺还原钒。在一定温度下,加入钼酸铵使磷生成磷钼酸铵沉淀。此沉淀溶解于过剩的氢氧化钠标准溶液中,以酚酞为指示剂,过剩的氢氧化钠标准溶液用硝酸标准溶液返滴定,测得磷量。

2.2 试剂

2.2.1 混合熔剂(二份无水碳酸钠+一份硼酸)。

2.2.2 硝酸铵(固体)。

2.2.3 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

2.2.4 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

2.2.5 硝酸(1+2)。

2.2.6 硝酸(1+7)。

2.2.7 硝酸(1+19)。

2.2.8 硝酸(1+99)。

2.2.9 高氯酸($\rho 1.67 \text{ g/mL}$)。

2.2.10 氢氟酸($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)。

2.2.11 氢溴酸($\rho 1.49 \text{ g/mL}$,或大于40%氢溴酸)。

2.2.12 盐酸羟胺溶液(400 g/L),当天配制。

2.2.13 钼酸铵溶液:称取68 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于温水中,冷后用水稀释至500 mL,分次并搅拌徐徐倾入500 mL 硝酸(2+3)中,混匀,静置24 h。使用时将此溶液加热至 $50 \sim 55^\circ\text{C}$,用中速滤纸过滤。

2.2.14 中性水:将蒸馏水煮沸驱除二氧化碳后,流水冷至室温。用时制备。

中华人民共和国冶金工业部1995-04-24批准

1995-10-01实施