钠化钒渣、雾化钒渣中氯化钠、碳酸钠和游离氧化钠的测定

刘　树　惠

（锦州铁合金厂研究所）

（一）前　言

钠盐的测定，目前国内外多用火焰光度和原子吸收分光度等仪器直接测定总钠量，若分别测定其中某种钠盐含量，尚需繁杂的分离，给测定带来困难。

渡口钒渣试验，既要测总钠量，又要分测其中的氯化钠、碳酸钠和游离氧化钠。为了克服用原子吸收等仪器测定的许多麻烦，本试验采用直接分测上述钠盐的相应阴离子——Cl^-，CO_3^{2-}，OH^-，然后换算成相应钠盐的方法，取得了较好的效果。

测定氯化钠用硝酸银容量法直接测Cl^-是不难的，因可溶钒和铬在中性溶液中的颜色不干扰Cl^-的测定，而CO_3^{2-}和OH^-的干扰，用HNO_3调为中性即可消除。

但是，对碳酸钠和游离氧化钠的测定却难度较大，因它们皆溶于水并呈强碱性，显然最简单的测定方法仍是中和法。可是，若采用钡盐分离CO_3^{2-}，则VO_3^-和CrO_4^{2-}也同时沉淀造成麻烦；若采用酚酞和甲基橙两种碱度分测之，更是无法进行，因为$NaVO_3$和Na_2CrO_4在甲基橙碱度下皆有干扰。

本试验用酸来分解试样中碳酸钠，生成的CO_2用过量已知浓度的氢氧化钡吸收；过量的氢氧化钡以标准酸在酚酞碱度下回滴，测得碳酸钠。再另称样水溶后，在酚酞碱度下测得碳酸钠和游离氧化钠的合量，扣除碳酸钠即得游离氧化钠含量。这样，既不分离CO_3^{2-}，又避开甲基橙碱度下$NaVO_3$和Na_2CrO_4的干扰，从而直接测得碳酸钠的游离氧化钠的含量。特别是在没有原子吸收分光光度仪的情况下，采用这种方法具有简单、快速的特点，不仅能分测上述钠盐，同时还可算出钠盐总量。

（二）试　验

因钒渣浸出液中硅和磷含量很低，因此Cl^-的测定及Na_3PO_4和Na_2SiO_3的干扰试验没有做。由于碳酸钠测定的准确度不仅影响它自身，而且直接影响游离氧化钠的准确度，因此，本文着重对碳酸钠和游离氧化钠的测定进行了必要的条件试验。

1.偏钒酸钠的干扰试验

偏钒酸钠为强碱弱酸盐，它的水溶液有一定碱度，故必须进行干扰试验。

（1）甲基橙碱度下的干扰试验

方法：称一定量纯碳酸钠，加入一定量偏钒酸钠以酸标液滴定，测定结果见表1。

钒的干扰数据　　表1

加入		测得	干扰差
V，%	Na_2CO_3，%	Na_2CO_3，%	绝对值
0	100	100	0
2.5	0	1.988	+1.988
5.0	0	3.98	+3.98
1.0	0	7.95	+7.95
2.5	100	101.63	+1.63
5	100	103.62	+3.62
10	100	107.06	+7.06

从表1可知，偏钒酸钠在甲基橙碱度下对碳酸钠测定产生正干扰，且终点不明。因此，钒存在时不能采用甲基橙碱度测定碳酸钠和游离氧化钠合量。

（2）酚酞碱度的干扰

因熟料中可溶钒实际含量在5～8%，相当于$NaVO_3$ 0.06～0.096g，为了扩大钒的干扰量，$NaVO_3$的加入量定为0.03～0.12g，Na_2CO_3加入量为0～0.2g。

方法：称不同量的Na_2CO_3和不同量的$NaVO_3$，按酚酞碱度，用标准酸滴定测得Na_2CO_3的量，数据记入表2。

钒的干扰数据　　表2

加入量，g		测得量，g
$NaVO_3$	Na_2CO_3	Na_2CO_3
0.0300	0	0
0.0480	0	0
0.0720	0	0
0.0960	0	0
0.1200	0	0
0	0.2000	0.2000
0.0300	0.2000	0.2000
0.0480	0.2000	0.2000
0.0960	0.2000	0.2000

从表2数据可知，含钒量高达10%（相当$NaVO_3$ 0.12g），在酚酞碱度下对Na_2CO_3的测定仍无干扰。因此，可在不分离钒的前提下，采用酚酞碱度用标准酸溶液滴定，直接测得Na_2CO_3和Na_2O的合量。

2.碳酸钠的分解和二氧化碳的吸收试验

碳酸钠分解条件：5 N硫酸酸度；

二氧化碳吸收条件：

氢氧化钡溶液浓度：0.02～0.05N；

吸收速度：0.1～0.2 l/min；

吸收时间：5 min薄板吸收器。

方法：取一定量纯碳酸钠按基本操作进行测定，结果见表3。

Na_2CO_3回收数据　　表3

加入 Na_2CO_3 g	测得 Na_2CO_3 g	吸收级数	回收率 %
0.005	0.005	1	100
0.010	0.010	1	100
0.020	0.0195	2	97.5
0.030	0.0286	3	95.4
0.050	0.0488	3	97.52

从表3可知，测定范围在0.005～0.05g之间，采用1～3级薄板吸收碳酸钠，回收率在95.4～100%，相对差：0～4.6%。

（三）仪器与试剂

大气采样器、试样分解瓶、薄板吸收器。

氢氧化钡溶液：0.02N或0.05N。

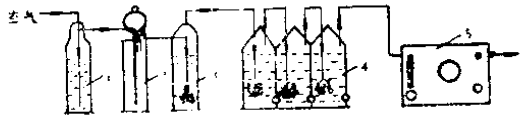
盐酸标液：0.02N或0.05N。

酚酞指示剂：1%的乙醇溶液。

（四）基本操作

1.碳酸钠的测定

（1）按下图连接好装置并检查是否漏气。



碳酸钠的测试装置示意图

1.洗气瓶　2.分解瓶　3.H_2S吸收瓶　4.三级薄板吸收器　5.大气采样器

（2）将氢氧化钡溶液装入洗气瓶中，并准确向三级簿板吸收器中加入50.00ml，再向H_2S吸收瓶中加入0.5N碘液。

（3）将称好的试样（含碳酸钠0.005～0.05g）迅速倾入分解瓶中，向瓶中加入1：6的硫酸10～15ml，迅速关紧上方分液漏斗的活塞，控制大气采样器，以0.1～0.2 l/min的流速通气，5 min后向簿板吸收器中加3滴酚酞指示剂，立即用盐酸标液滴至红色消失，记录耗量。

2.游离氧化钠的测定

称一定量试样，于25 ml烧杯中，加沸水100ml搅3～5min，以快速滤纸过滤于500ml锥形瓶中，洗净滤器，加酚酞指示剂3滴，以盐酸标液滴至红色消失，记录酸标液毫升数（V_0）。

碳酸钠和游离氧化钠的含量按下式计算：

$$Na_2CO_3\% = \frac{(N_1V_1 - N_2V_2)\times 0.053}{G_1}\times 100$$

$$Na_2O\% = \frac{N_2V_0\times 0.031\times 100}{G_2}$$

$$- \frac{Na_2CO_3\%}{2}\times 0.585$$

式中，

N_1, V_1——氢氧化钡标液的当量浓度及加入毫升数；

N_2, V_2——回滴耗盐酸标液的当量浓度及耗毫升数；

G_1——测碳酸钠时称样量，g；

G_2——测碳酸钠和氧化钠时称样量，g。

3.氯化钠的测定按一般银盐容量法进行。

（五）结束语

测定时应注意：

1.样品应放在盛有碱石棉的干燥器中，并尽快称量，以免吸收空气中二氧化碳。

2.该方法同样适用于液体样分析。

3.样品中有硫化物时，酸分解后产生的H_2S气体用碘吸收以除之。

4.用酸分解试样而产生的二氧化碳可用碱石棉吸收，或直接用非水滴定之。

（紧接第84页）

耗，攀枝花钢铁研究院在开发钒钛铸铁应用的基础上，与攀钢铸造厂、炼钢厂合作，于1975年开始进行了“钒钛铸铁钢锭模”的研究工作。1983年被冶金部列为钒钛铸铁推广应用项目之一。

研究表明：钒钛元素在铸铁中具有强化作用，提高了铸铁的高温机械性能、耐热疲劳性能和抗氧化性能。钒钛铸铁钢锭模比不含钒钛的铸铁钢锭模提高寿命24%。钒钛铸铁是制造钢锭模的理想金属材料。

经过长期的科研和生产实践，找到了生产钒钛铸铁钢锭模的合适工艺，在使用中采用了定冷及焊补工艺。1983年攀钢模耗平均降低到10.80kg/t钢，达到了国内先进水平，给攀钢创造了较大的经济效益。仅1983年比1982年模耗降低了4.5 kg/t钢，其中8.4t沸腾钢钒钛铸铁钢锭模模耗已降至8.29kg/t钢，被评为1984年冶金部优质产品。

1984年12月9日，由冶金部科技司组织，通过了此项研究课题的鉴定。

攀研院科技处