

铁矿石化学分析方法
氯代磺酚S光度法测定铌量

Methods for chemical analysis of iron ores
The sulfochlorophenol S photometric method
for the determination of niobium content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铌量的测定。测定范围：0.007~0.350%。
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

试样经氢氟酸分解，不溶残渣用焦硫酸钾熔融，酒石酸浸取，在0.5~2 mol/l盐酸介质中，铌与氯代磺酚S形成稳定的1:1蓝绿色络合物。在波长650nm处，测量其吸光度，借此测定铌量。用氢氟酸破坏铌-氯代磺酚S络合物的试液为参比，可提高共存元素的允许量。

2 试剂

2.1 焦硫酸钾。

2.2 氯化铵。

2.3 盐酸 (ρ 1.19g/ml)。

2.4 硝酸 (ρ 1.42g/ml)。

2.5 氢氟酸 (ρ 1.15g/ml)。

2.6 氢氟酸 (5+95)。

2.7 氢氧化铵 (ρ 0.90g/ml)。

2.8 丙酮。

2.9 酒石酸 (6%)。

2.10 硫代乙醇酸 (1+9)。

2.11 三氯化铝 (2%)。

2.12 三氯化铁 (5%)：100ml内含5滴盐酸 (2.3)。

2.13 抗坏血酸 (5%)：用时现配。

2.14 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液 (2%)。

2.15 稀释液：称取20g焦硫酸钾，置于500ml烧杯中，加酒石酸 (2.9) 加热溶解，冷后，加100ml盐酸 (2.3)，用酒石酸 (2.9) 稀释至1000ml，混匀。

2.16 氯代磺酚S溶液 (0.05%)：过滤后使用。

2.17 铌标准溶液

2.17.1 称取0.0501g预先在800℃灼烧1h并冷至室温的五氧化二铌 (99.9%以上)，置于瓷坩埚中，加2g焦硫酸钾 (2.1)，先低温再逐步升温至700℃熔融0.5h (若发现熔干，可加数滴硫酸再熔片刻)。冷却，置于500ml烧杯中，加300ml热酒石酸 (2.9)，加热浸取，洗出坩埚，冷却后移入500ml容量瓶中，用酒石酸 (2.9) 稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含70.0 μ g铌。

2.17.2 移取10.00ml铌标准溶液 (2.17.1)，置于100ml容量瓶中，用稀释液 (2.15) 稀释至刻度，

混匀。此溶液1 ml含7.0 μ g铌。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 μ m, 如试样中结合水或易氧化物质含量高时, 其粒度应小于160 μ m。

3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样, 在同一试验室, 应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

铌量, %	试样量, g	分取试液量, ml
0.007 ~ 0.035	0.5000	10.00
>0.035 ~ 0.070	0.2000	10.00
>0.070 ~ 0.200	0.1000	10.00
>0.200 ~ 0.350	0.1000	5.00

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型(指分析步骤相一致)的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

将试样(4.2)置于铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚中, 以水润湿, 加5~10ml氢氟酸(2.5), 低温(或在水浴上)加热分解并蒸发至湿盐状, 加10~15ml热酒石酸(2.9), 加热10~15min, 使可溶物溶解, 用慢速滤纸过滤于100ml容量瓶中, 用酒石酸(2.9)洗涤坩埚及残渣3~4次, 滤液作为主液保留。

注: 铜量大于0.1%时能使氯代磺酚S退色。铜量为0.1~1.0%时, 可在分析步骤中以1.5ml抗坏血酸(2.13)

代替1.5ml硫代乙醇酸(2.10)。铜量大于1.0%时应按以下步骤分离: 将试样(4.2)置于烧杯中, 经盐酸、硝酸分解, 蒸发至湿盐状加入氯化铵(2.2), 用氢氧化铵小体积沉淀过滤分离铜, 不溶残渣按4.5.2处理。

4.5.2 残渣的处理

将残渣连同滤纸放入瓷坩埚中, 灰化, 在700℃灼烧片刻, 取出用玻璃棒小心压碎灼烧后的残渣, 加2g焦硫酸钾于700℃熔融10~15min, 冷却, 坩埚中加15ml热酒石酸(2.9), 浸取熔融物, 然后转入150ml烧杯中, 用酒石酸洗出坩埚, 加热使熔融物溶解。冷至室温, 加10ml盐酸(2.3), 与主液合并, 再用酒石酸(2.9)稀释至刻度, 混匀。放置至澄清或干过滤。

注: 钾、钠盐类过多时, 将会降低显色剂的溶解度易析出沉淀, 焦硫酸钾用量一般2g已足够, 应避免增加用量。

4.5.3 测量

4.5.3.1 按表1移取上述溶液2份,分别置于二个50ml容量瓶中,不足10.00ml者应用稀释液(2.15)补足至10.00ml。

4.5.3.2 显色溶液:其中一份加入4ml三氯化铝(2.11),用水稀释至20~25ml,加1.5ml硫代乙醇酸(2.10),混匀。

4.5.3.3 放置5~10min,待溶液无色后,加2ml EDTA溶液(2.14)、10ml盐酸(2.3)、5ml丙酮(2.8)和4.0ml氯代磺酚S(2.16,每加入一种试剂必须混匀),用水稀释至约45ml,混匀。置于50~60℃水浴上,保温5~10min,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3.4 参比溶液:于另一份中,除不加三氯化铝外,其余均同显色溶液同样操作。流水冷却至室温后,加1.5ml氢氟酸(2.6),用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3.5 将部分溶液移入3cm比色皿中,以参比溶液为参比,于分光光度计波长650nm处,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铌量。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00ml铌标准溶液(2.17.2),分别置于一组50ml容量瓶中,用稀释液补足至10ml,各加入1ml三氯化铁(2.12)、4ml三氯化铝(2.11,未加铌标准溶液者不加三氯化铝),用水稀释至20~25ml,加1.5ml硫代乙醇酸(2.10),混匀。以下按4.5.3.3进行。将部分溶液移入3cm比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长650nm处测量其吸光度。以铌量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按式(1)计算铌的百分含量:

$$\text{Nb}(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \times K \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铌量, μg ;

m ——试样量, g;

V ——试液总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数(如使用预干燥试样,则 $K = 1$), A 是按GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收:

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表2所列的允许差时,则试样分析值有效,否则无效,应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差,不大于表2所列允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时,则应按附录A的规定,进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算:

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位,并按数字修约规则的规定修约至小数第三位。

6 允许差

表 2

%

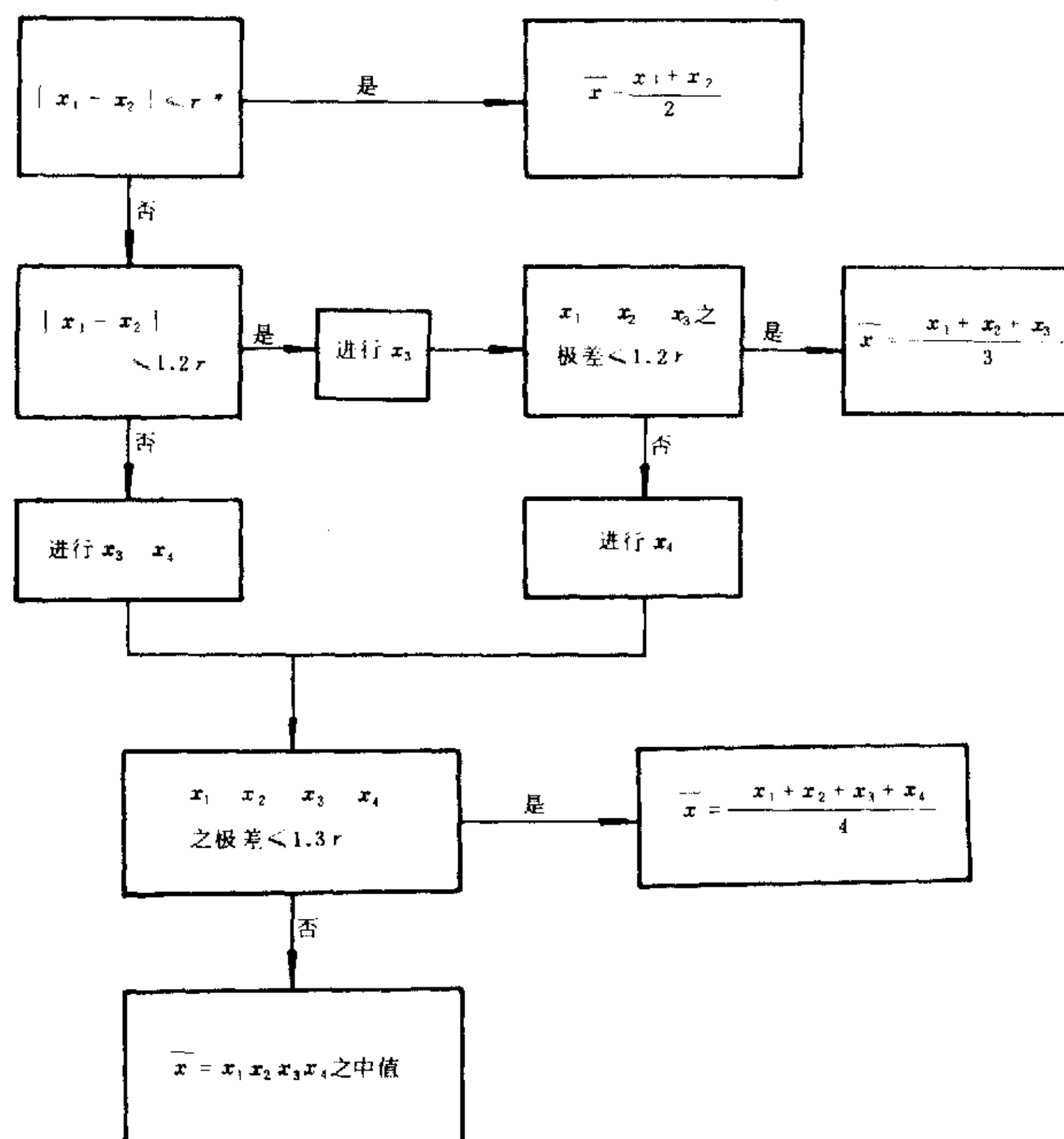
铌 量	标样允许差	试样允许差
0.007 ~ 0.035	± 0.002	0.003
$>0.035 \sim 0.070$	± 0.003	0.004
$>0.070 \sim 0.200$	± 0.006	0.009
$>0.200 \sim 0.350$	± 0.010	0.014

7 氧化物系数

按式 (2) 计算五氧化二铌百分含量:

$$\text{Nb}_2\text{O}_5 (\%) = 1.43 \times \text{Nb} (\%) \dots\dots\dots (2)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由内蒙地质局试验室起草。

本标准主要起草人郑厚德。

* r即表 2 中所列允许差。