



中华人民共和国国家标准

GB 6730.31—86

铁矿石化学分析方法 N-苯甲酰苯胍萃取光度法测定钒量

Methods for chemical analysis of iron ores
The benzoylphenyl-hydroxylamine extraction
photometric method for the determination
of vanadium content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

铁矿石化学分析方法

N-苯甲酰苯胍萃取光度法测定钒量

Methods for chemical analysis of iron ores
The benzoylphenyl-hydroxylamine extraction
photometric method for the determination
of vanadium content

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.31-86

代替GB 1376-78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钒量的测定。测定范围：0.025~0.300%。
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

试样用碱熔后，以水浸取过滤，吸取部分滤液，在3.5~5.0 mol/l 盐酸介质中，钒(V)与N-苯甲酰苯胍生成能被三氯甲烷萃取的紫红色螯合物，于波长530 nm处，测量其吸光度。借此测定钒量。

2 试剂

2.1 混合熔剂：3份过氧化钠与1份研细的无水碳酸钠混匀。

2.2 硫酸钠（无水）。

2.3 盐酸（ ρ 1.19 g/ml）。

2.4 盐酸（1+1）。

2.5 硫酸（ ρ 1.84 g/ml）。

2.6 硫酸（1+1）。

2.7 亚硫酸钠溶液（3%）；用时现配。

2.8 高锰酸钾溶液（1%）。

2.9 氢氧化钠溶液（2%）。

2.10 铜溶液：称取0.393 g硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）溶于100 ml水中。

2.11 N-苯甲酰苯基胍（钼试剂BPHA）三氯甲烷溶液（0.1%）：称取0.5 g BPHA置于50 ml烧杯中，用少量三氯甲烷溶解后，移入500 ml容量瓶中，以三氯甲烷稀释至刻度，混匀。

2.12 钒标准溶液

2.12.1 称取0.2679 g预先在105℃烘干1h的五氧化二钒（99.9%），置于100 ml烧杯中，加5 ml硫酸（2.6）微热溶解后，移入250 ml容量瓶中，冷至室温，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.600 mg钒。

2.12.2 移取25.00 ml钒标准溶液（2.12.1）置于1000 ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含15.0 μg钒。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 μm，如试样中结合水或易氧化物含量较高时，其粒度应小于160 μm。

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

钒 量, %	试 样 量, g	试 液 分 取 量, ml
0.025 ~ 0.085	0.5000	50.00
>0.085 ~ 0.150	0.5000	25.00
>0.150 ~ 0.300	0.2500	25.00

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)置于刚玉坩埚中,加2g混合熔剂(2.1),混匀后再覆盖2g,由低温逐渐升温至700℃,熔融10min,取出,小心摇动,冷却。放入250ml烧杯中,加约50ml热水浸取,低温加热至微沸并保持5min(随同试样空白溶液中的过氧化氢分解时间可稍长些,至冒大气泡为止。如溶液中有高价锰存在,加数滴乙醇使之退色),使过氧化氢分解。取下冷至室温,用水洗出坩埚(洗涤坩埚可加几滴盐酸(2.4),浸取后溶液体积应在80ml左右),用慢速定量滤纸加少许纸浆过滤,用氢氧化钠溶液(2.9)洗涤沉淀3~4次,滤液收集于250ml容量瓶中作为主液(主液体积控制在120ml以内)保留。

4.5.2 残渣的处理

沉淀连同滤纸放回原坩埚中,灰化,在约800℃左右灼烧10~20min,冷却后加入4g混合熔剂(2.1),按上述操作熔融,浸取(洗出坩埚后溶液体积应在80ml左右),过滤。用氢氧化钠溶液(2.9)洗涤沉淀8~10次,滤液合并于主液中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3 测量

4.5.3.1 按表1移取部分试液于125ml分液漏斗中,加1ml铜溶液(2.10)、3ml硫酸(2.6),摇动使氢氧化铝沉淀溶解,加水至体积为54ml,边摇边滴加高锰酸钾溶液(2.8)至呈微红色,之后再过量1滴(如分取的试液中含铬量大于0.2mg时,则应在高锰酸钾氧化之前加亚硫酸钠溶液(2.7)还原至黄色消失,然后再进行氧化。高锰酸钾溶液的过量量应控制在0.06~0.10ml之间),混匀。

4.5.3.2 放置1min。边摇边加26ml盐酸(2.3),混匀。冷却后加10.0ml钼试剂BPHA三氯甲烷溶液(2.11),振荡1min,待分层后将有机相放入预先置有3~4g硫酸钠(2.2)的带塞的干燥比色管中,充分振荡,放置4h。将部分溶液移入0.5cm比色皿(若比色皿外壁被沾污,则需用无水乙醇擦净,否则会引起偏差)中。

4.5.3.3 以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长530nm处,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的钒量。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00ml钒标准溶液(2.12.2),分别置于一组预先加入30ml水的125ml分液漏斗中,各加1ml铜溶液(2.10)、2ml硫酸(2.6),加水

至体积为54ml,加2滴高锰酸钾溶液(2.8),混匀。以下按4.5.3.2进行。将部分溶液移入0.5cm比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长530nm处测量其吸光度,以钒量为横坐标,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)计算钒的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的钒量, 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小于表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 %

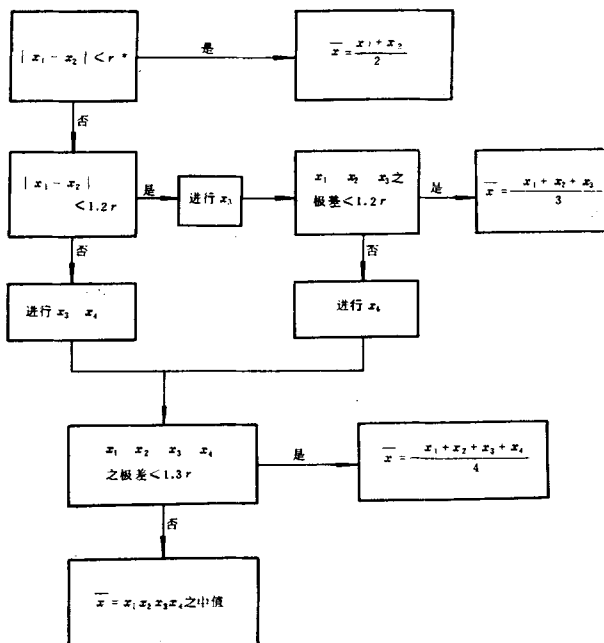
钒 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
0.025~0.055	± 0.003	0.004
>0.055~0.120	± 0.004	0.006
>0.120~0.160	± 0.006	0.008
>0.160	± 0.009	0.012

7 氧化物系数

按式(2)计算五氧化二钒百分含量:

$$V_2O_5(\%) = 1.7858 \times V(\%) \quad (2)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



* r 即表 2 中所列允许差。

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。

本标准由中国有色金属工业总公司华东地质勘探公司研究所起草。

本标准主要起草人潘兆荣, 姚卿德。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部部标准YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中钒的测定作废。