



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

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
N - 苯甲酰苯胍萃取光度法测定钒量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730·31—86

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

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530nm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 1.19g/ml）。
- 2.4 盐酸（1 + 1）。
- 2.5 硫酸（ ρ 1.84g/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0.393g硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）溶于100ml水中。
- 2.11 N - 苯甲酰苯基羟胺（钼试剂BPHA）三氯甲烷溶液（0.1%）：称取0.5gBPHA置于50ml烧杯中，用少量三氯甲烷溶解后，移入500ml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0.2679g预先在105℃烘干1h的五氧化二钒（99.9%），置于100ml烧杯中，加5ml硫酸（2.6）微热溶解后，移入250ml容量瓶中，冷至室温，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.600mg钒。
 - 2.12.2 移取25.00ml钒标准溶液（2.12.1）置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含15.0 μ g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10 min，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5 min（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10~20 min，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，补加水至体积为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。高锰酸钾溶液的过剩量应控制在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），补加水