

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