

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 385—94

煤 中 钒 的 测 定 方 法

1994-12-07 发布

1995-05-01 实施

中华人民共和国煤炭工业部 发布

煤中钒的测定方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了煤中钒测定用的试剂、材料、仪器、设备、煤样、测定步骤、结果表述和允许差。
本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 方法提要

煤样灰化,然后用碱熔融、沸水浸取。浸取液中加掩蔽剂以除去干扰元素。在磷酸介质中,五价钒与2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙胺基苯酚(Br-PADAP)和过氧化氢形成有色的三元络合物,然后进行光度测量,求得钒含量。

3 引用标准

GB 474 煤样的制备方法

4 试剂和材料

4.1 过氧化钠:粒状。

4.2 氢氧化钠(GB 629):粒状。

4.3 硫酸(GB 625)溶液: $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$ 和1+6两种。

4.4 混合掩蔽剂:称取2.5 g 1,2-环己二胺四乙酸(CYDTA),用少量氢氧化钠(4.2)溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 溶解,加5 g 氟化钠(GB 1264)、25 g 焦磷酸钠(GB 3107),用水溶解并稀释至500 mL,贮于塑料瓶中。

4.5 缓冲溶液(pH=1.7):称取110 g 磷酸氢二钠(GB 1263)溶于水,加100 mL 磷酸(GB 282),用水稀释至1 L。

磷酸应进行如下预处理:取一定量的磷酸,加热至冒泡,滴加30 g/L的高锰酸钾(GB 643)溶液至溶液呈稳定微红色,装瓶备用。

4.6 过氧化氢溶液:3%(V/V),取3 mL 过氧化氢(GB 6684),加97 mL 水,现用现配。

4.7 Br-PADAP 乙醇溶液:称取0.25 g 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙胺基苯酚(Br-PADAP)溶于500 mL无水乙醇(GB 678)中。

4.8 五氧化二钒标准溶液:称取0.1000 g(精确至0.0002 g)五氧化二钒(HG3—1218),加入10 mL 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 溶解,然后用10 mL 硫酸(4.3)溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}]$ 中和并过量5 mL,将溶液移入1 L 容量瓶中,用水稀释到刻度(此溶液1 mL 含100 $\mu\text{gV}_2\text{O}_5$)。

取上述溶液50.0 mL于500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度(此溶液1 mL 含10 $\mu\text{gV}_2\text{O}_5$)。

4.9 对硝基苯酚指示剂:0.01 g/L 乙醇(GB 678)溶液。