

铁矿石化学分析方法
高碘酸钾光度法测定锰量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.21—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The potassium periodate photometric
method for the determination of manganese content

代替GB 1370—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中锰量的测定。测定范围：0.050~5.00%。
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

试样用盐酸、硝酸分解，加硫酸蒸发除尽盐酸，过滤，滤液作为主液保存，残渣以氢氟酸处理，焦硫酸钾熔融，与主液合并。于硫酸、磷酸介质中，在加热条件下，用高碘酸钾氧化二价锰为紫红色的高锰酸，以亚硝酸钠还原的同一被测溶液为参比，在波长530nm处，测量其吸光度，借此测定锰。

2 试剂

- 2.1 焦硫酸钾。
- 2.2 高碘酸钾。
- 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 硫酸 (1 + 1)。
- 2.7 硫酸 (1 + 99)。
- 2.8 磷酸 (1 + 1)。

注：磷酸含还原性物质时，需预先处理。取100ml 磷酸 (ρ 1.70g/ml)，加5ml 硝酸 (2.4)，加热煮沸至平静状态，冷却备用。

- 2.9 亚硝酸钠溶液 (2%)。
- 2.10 脲溶液 (2%)。
- 2.11 锰标准溶液：

2.11.1 称取1.0000g金属锰 (纯度99.9%)，加100ml 硫酸 (5 + 95)，稍许加热溶解完全，冷却至室温，移入1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml 含1.00mg 锰。

注：金属锰预先用硫酸 (1 + 99) 溶去表面氧化物，用水洗净，再以乙醚或无水乙醇洗涤，自然干燥后使用。

2.11.2 移取100.00ml 锰标准溶液 (2.11.1)，置于1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。或称取0.2877g高锰酸钾 (优级纯)，溶于100ml 水中，加4~5滴硫酸 (2.6)，混匀。滴加过氧化氢 (30%) 至高锰酸紫色消失，加热煮沸分解过剩之过氧化氢至无小气泡发生，冷却至室温，移入1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml 含100.0 μ g 锰。

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

锰量, %	试样量, g	分取溶液量, ml	比色皿, cm
0.050~0.250	0.2000	全量	3
0.250~0.500	0.1000	全量	3
0.500~2.000	0.2000	50.00	3
2.000~3.000	0.2000	25.00	2
3.000~5.000	0.1000	25.00	2

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250ml烧杯中，加盐酸（2.3），低温加热至无剧烈反应，加5ml硝酸（2.4）继续加热溶解并蒸发至2~3ml，加10ml硫酸（2.6）于低温缓慢蒸发冒三氧化硫白烟至呈湿盐状，以赶尽盐酸。取下冷却后加水约30ml，加热至微沸溶解可溶性盐类，用慢速定量滤纸过滤于250ml烧杯中，用擦棒擦净杯壁，以热硫酸（2.7）洗涤烧杯3~4次，残渣5~7次，滤液作为主液保存。

4.5.2 残渣处理

将残渣（4.5.1）连同滤纸置于铂坩埚中，灰化，在800℃左右灼烧10~20min，冷却，加少许水润湿，加4滴硫酸（2.6）、5ml氢氟酸（2.5），缓慢加热至三氧化硫白烟冒尽。加3g焦硫酸钾（2.1），在650℃左右熔融5~10min，稍冷，将铂坩埚放入已预先加热的主液中，浸取熔融物，用水洗出铂坩埚，加热使盐类溶解。

注：含钼或稀土的试样，应继续加热并浓缩至体积40~50ml，使钼及大部分稀土生成硫酸盐沉淀，放冷，用慢速滤纸过滤，以硫酸（2.7）洗涤。

4.5.3 显色、测量

4.5.3.1 当锰量小于0.500%时，蒸发至体积约为60ml，直接显色。锰量大于0.500%时，将全部溶液移入250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。按表1分取部分溶液置于250ml烧杯中，加10ml硫酸（2.6，试样含二氧化钛量15mg以上时，加20ml）、15ml磷酸（2.8），加水使体积约为80ml。

4.5.3.2 加0.3g高碘酸钾（2.2），加热至微沸后置沸水浴上，加盖保温10min，取下，冷却至室温，移入100ml容量瓶中，加5滴脲溶液（2.10），用水稀释至刻度，混匀。

4.5.3.3 取以上同一显色溶液两份，按表1分别置于同一规格的比色皿内，其中一个比色皿中事先加入1滴亚硝酸钠溶液（2.9），使高锰酸紫色退去，以此为参比，于分光光度计波长530nm处测量其

吸光度，减去随同试样空白的吸光度，从工作曲线上查出相应的锰量。

注：如使用去离子水时，显色后稀释用水及配制脲溶液用水需预先处理：每1000 ml 去离子水中加10 ml 硫酸(2.6)，加1g 高碘酸钾(2.2)，煮沸10 min，冷至室温后使用。

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 ml 锰标准溶液(2.11.2)，分别置于125 ml 烧杯中，各加10 ml 硫酸(2.6)、15 ml 磷酸(2.8)，加水使体积约为80 ml，以下按4.5.3.2 进行。将部分溶液移入2 或3 cm (用3 cm 比色皿测500 μg 以下各点)比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长530 nm 处测量其吸光度，以锰量为横坐标，吸光度为纵坐标，分别绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按式(1) 计算锰的百分含量：

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

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的锰量，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 %

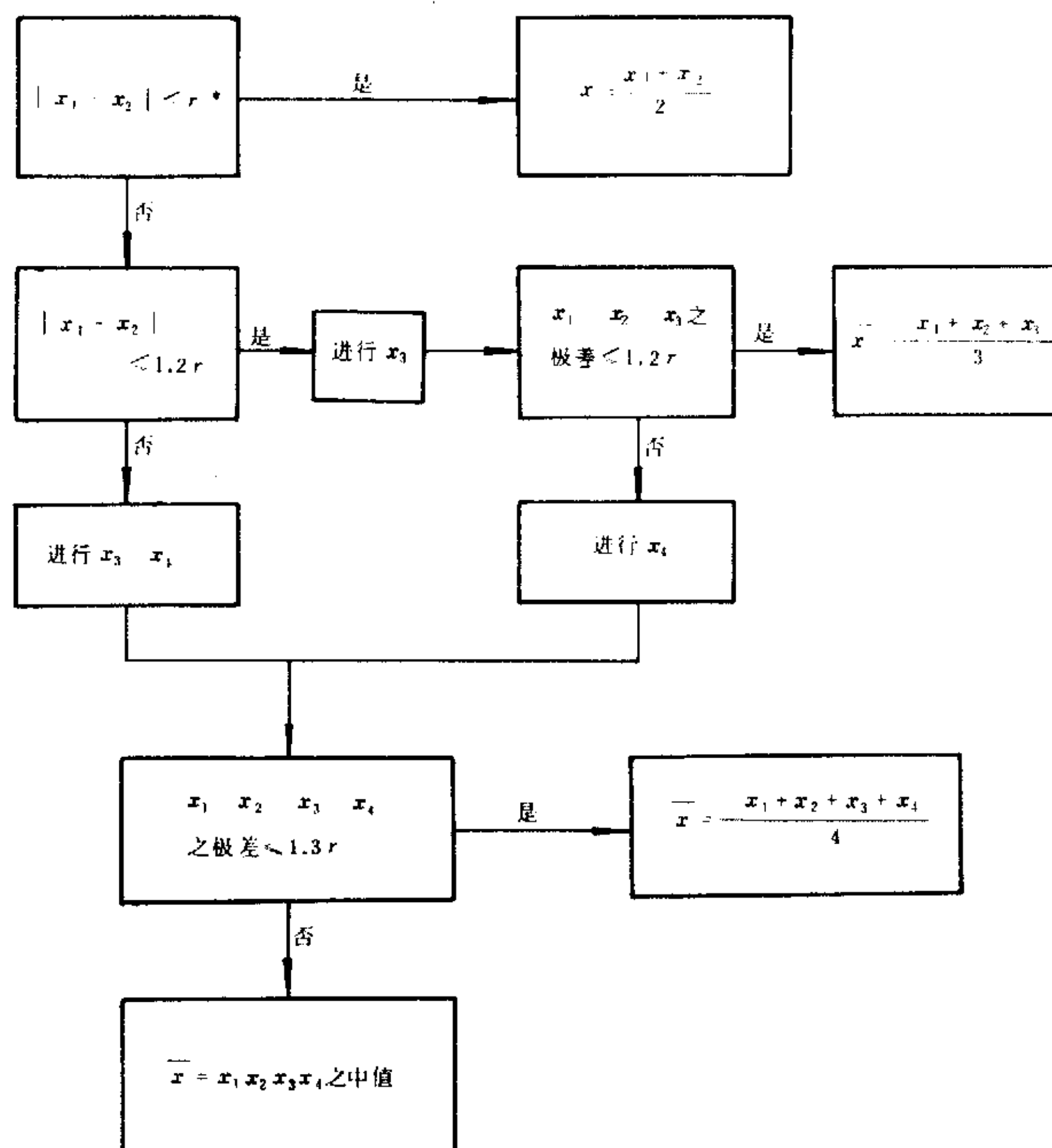
锰 量	标样允许差	试样允许差
0.050~0.100	± 0.004	0.005
>0.100~0.500	± 0.007	0.010
>0.500~1.000	± 0.014	0.020
>1.00 ~2.00	± 0.02	0.03
>2.00 ~4.00	± 0.04	0.05
>4.00 ~5.00	± 0.06	0.08

7 氧化物系数

按式 (2) 计算氧化锰百分含量:

$$\text{MnO} (\%) = 1.2912 \times \text{Mn} (\%) \dots\dots\dots (2)$$

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。

本标准由鞍山矿山设计研究院起草。

本标准主要起草人陈云湘、张郁馨。

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》中锰的测定作废。