

铁矿石化学分析方法
硫酸钡重量法测定钡量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.29—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The barium sulfate gravimetric method for the
determination of barium content

代替GB 1374—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钡量的测定。测定范围：0.50%以上。
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

试样以盐酸、硝酸、硫酸处理、过滤，使钡与大部分干扰元素分离，残渣用氢氟酸除硅，用碳酸钠—碳酸钾熔融转化；在乙酸—乙酸铵缓冲溶液（pH5.9）中，以铬酸盐分离锶，再用碳酸盐分离引入的铬；在盐酸介质中，加硫酸使钡定量生成硫酸钡沉淀，以重量法测定。

2 试剂

- 2.1 混合熔剂：1份无水碳酸钠与1份碳酸钾研细混匀。
- 2.2 碳酸钠（无水）。
- 2.3 焦硫酸钾。
- 2.4 盐酸（ ρ 1.19 g/ml）。
- 2.5 盐酸（1 + 1）。
- 2.6 盐酸（1 + 9）。
- 2.7 硝酸（ ρ 1.42 g/ml）。
- 2.8 氢氟酸（ ρ 1.15 g/ml）。
- 2.9 硫酸（1 + 1）。
- 2.10 硫酸（1 + 99）。
- 2.11 氢氧化铵（1 + 1）。
- 2.12 过氧化氢（30%）。
- 2.13 硝酸银溶液（1%）。
- 2.14 氯化钡盐酸溶液：称取1g氯化钡，溶于适量水中，加3ml盐酸（2.4），以水稀释至100ml，混匀。
- 2.15 碳酸钠溶液（1%）。
- 2.16 乙酸—乙酸铵缓冲溶液（pH5.9）：称取154g乙酸铵溶于少量水中，加7.5ml冰乙酸，用水稀释至1000ml，混匀。用pH计校正。
- 2.17 重铬酸钾溶液（5%）。
- 2.18 重铬酸钾洗液（0.3%）：每100ml加2g乙酸铵。
- 2.19 乙酸铵溶液（2%）。
- 2.20 硫化氢气体：用气体发生器制取。
- 2.21 饱和硫化氢盐酸溶液：在盐酸（5 + 95）中通硫化氢约10min。

2.22 甲基红指示剂 (0.2%)：称0.2g甲基红溶于60ml乙醇中，加水至100ml。

2.23 甲基橙指示剂 (0.1%)。

3 试样

3.1 一般试样粒度小于100 μm ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，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, %	称 样 量, g
<15	1.0000
>15	0.5000

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 称取试样（4.2）置于300ml烧杯中，加15ml盐酸（2.4），低温加热溶解20min，加5ml硝酸（2.7），继续加热浓缩至5ml时，取下。加5ml硫酸（2.9），加热蒸发至冒白烟，冷却，加100ml热水，加热至微沸，溶解可溶性盐类，取下，放置2h。用慢速滤纸过滤，用硫酸（2.10）洗净烧杯，洗沉淀及滤纸5~6次，再用水洗2~3次，弃去滤液。

4.5.2 将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，在800℃左右灼烧10~20min，冷却，用水润湿，加6~8滴硫酸（2.9）、10ml氢氟酸（2.8），低温加热蒸发至冒尽三氧化硫白烟。

4.5.3 对含有大量稀土、铈和钛等元素的难溶试样，作如下处理：于除硅后的铂坩埚中，加3g焦硫酸钾（2.3），先于450℃熔融，再逐渐升温至650℃熔融5~10min，冷却，用100ml硫酸（2.10）浸取熔融物（当试样含铈或二氧化钛量大于1%时，加1ml过氧化氢（2.12）加热溶解，用慢速滤纸过滤，并以硫酸（2.10）洗净烧杯，洗沉淀5~6次，再用水洗2~3次，将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，灼烧。

4.5.4 于铂坩埚（4.5.2）或（4.5.3）中加3~5g混合熔剂（2.1），在900℃熔融5~10min，冷却，置于400ml烧杯中，用100ml热水浸取，洗出坩埚，溶液加热煮沸，稍冷，用中速滤纸过滤。用碳酸钠溶液（2.15）洗沉淀及滤纸至无硫酸根〔用氯化钡盐酸溶液（2.14）检查〕。将沉淀用25ml热盐酸（2.6）溶解于原烧杯中（漏斗上盖表面皿，以防反应剧烈而溅失），用热水洗净滤纸。

4.5.5 对含铅大于0.05%的试样，作如下处理：于溶液中加入2滴甲基橙指示剂（2.23），用氢氧化铵（2.11）调至变黄色，再用盐酸（2.5）调至变红色，并过量5~8滴，用水稀释至100ml，加热，通硫化氢（2.20）5min，冷却，再通硫化氢（2.20）5min，放置30~60min，用慢速滤纸过滤，用

饱和硫化氢盐酸溶液 (2.21) 洗沉淀 8~10 次, 收集滤液和洗液于 400 ml 烧杯中, 加 4 ml 盐酸 (2.5), 煮沸 5 min。

4.5.6 将溶液加热煮沸, 取下, 加 2 滴甲基红指示剂 (2.22), 用氢氧化铵 (2.11) 调至黄色, 用水稀释至 150 ml, 加 15 ml 乙酸-乙酸铵缓冲溶液 (2.16) (pH 5.9), 煮沸, 在搅拌下滴加 15 ml 重铬酸钾溶液 (2.17), 煮沸 5~10 min, 保温 2 h, 用慢速滤纸过滤, 用重铬酸钾洗液 (2.18) 洗沉淀及滤纸 5~7 次, 用乙酸铵溶液 (2.19) 洗 1~2 次。将沉淀连同滤纸移入原烧杯中, 加 100 ml 热水, 3~5 g 碳酸钠 (2.2), 搅碎滤纸, 煮沸 5~10 min, 稍冷, 用中速滤纸过滤, 用碳酸钠溶液 (2.15) 洗沉淀及滤纸 6~8 次。将沉淀用 25 ml 热盐酸 (2.6) 溶解于原烧杯中 (漏斗上盖表皿), 用热水洗净滤纸。

注: ① 对氧化钡含量小于 0.02% 的试样, 应省去以铬酸盐分离钡的手续, 此时可将溶液稀释至 250 ml, 加热至近沸, 以下同分析步骤。

② 对氧化钡含量小于 5% 的试样, 分离钡后的铬酸钡沉淀, 无需用碳酸钠 (2.2) 分离铬, 可直接用 25 ml 热盐酸 (2.6) 溶解沉淀于原烧杯中, 以下同分析步骤。

③ 沉淀硫酸钡的酸度, 在 100 ml 体积中含 0.5~1 ml 盐酸为宜。酸度太大, 硫酸钡沉淀不完全; 酸度太小, 沉淀颗粒细小, 易穿滤和吸附杂质。

4.5.7 将溶液稀至 250 ml, 加热至近沸, 取下, 在搅拌下滴加 5 ml 硫酸 (2.9), 加热微沸 10~20 min, 保温 2~4 h (沉淀量少时静置过夜)。用慢速定量滤纸过滤, 用硫酸 (2.10) 洗净烧杯, 洗沉淀及滤纸至无氯离子 [用硝酸银溶液 (2.13) 检查], 再用水洗 2~3 次。将沉淀连同滤纸移入已恒量的瓷坩埚中, 灰化, 在 800℃ 灼烧至恒量。

注: 灰化, 灼烧滤纸及硫酸钡沉淀时, 温度应逐渐升高, 并有足够的空气, 否则易被还原为硫化钡 (沉淀呈黑色或灰色), 致使结果偏低。遇此情况, 应加 2~3 滴硫酸 (2.9), 小心加热, 待三氧化硫白烟冒尽后, 再重新灼烧至恒量。

5 分析结果的计算

5.1 钡的百分含量按下式计算:

$$\text{Ba}(\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.5886}{m} \times 100 \times K$$

式中: m_1 ——硫酸钡沉淀的质量, g;

m_2 ——空白的质量, g;

m ——试样量, g;

0.5886——硫酸钡换算为钡的换算系数;

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四位, 并按数字修约规则的规定修约至小数第二位。

6 允许差

表 2

%

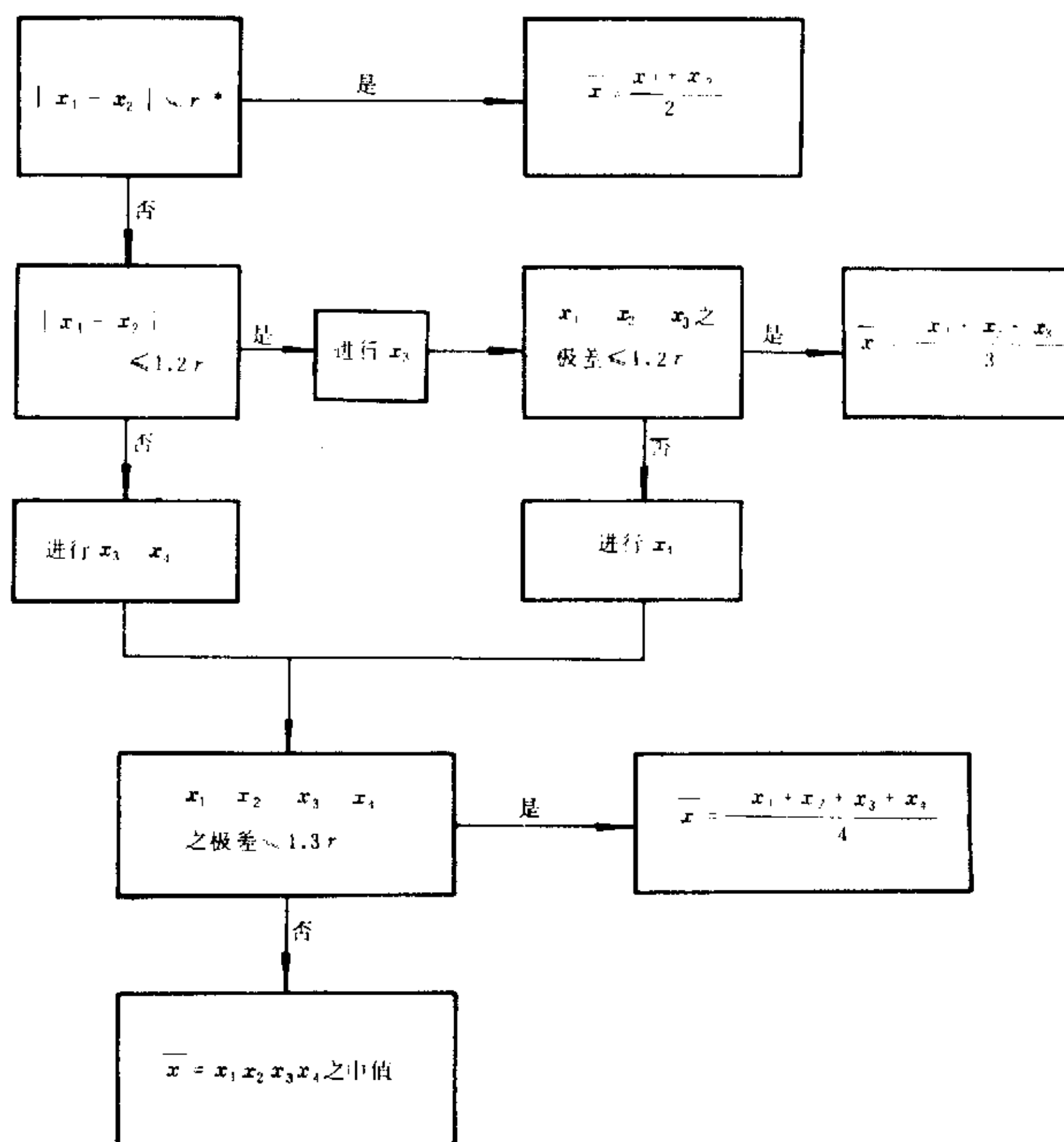
钡 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
0.50 ~ 1.00	± 0.07	0.10
> 1.00 ~ 5.00	± 0.11	0.15
> 5.00 ~ 10.00	± 0.18	0.25
> 10.00 ~ 15.00	± 0.21	0.30

7 氧化物系数

按下式计算氧化钡百分含量:

$$\text{BaO}(\%) = 1.1165 \times \text{Ba}(\%)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



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。

本标准由酒泉钢铁公司起草。

本标准主要起草人吴下升。

* r即表2中所列允许差。