

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
重量法测定分析试样中吸湿水量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.3—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The gravimetric method for the
determination of hygroscopic moisture
content in analytical samples

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中含金属铁(直接还原铁);含硫量大于0.2%(m/m),或含结合水大于2.5%(m/m)的试样,而且其测定组分分析值以干试样为基础计算大于10%(m/m)时,其吸湿水量的测定。

用本标准所得吸湿水的测定结果,不作为矿石试样分析结果报出,当需报告商品水分时必须采用GB 6730.2—86《铁矿石化学分析方法重量法测定水分含量》测定后报出。

除上述状态的试样以外,任何含量的组分的测定,可采用GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法分析用预干燥试样的制备》使用预干燥试样。

本标准等同采用ISO 2596—1984《铁矿石分析试样中吸湿水的测定》。

1 方法提要

使试样与实验室的气氛均衡,在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的加热管内于干燥的氮气流中加热一份试样,用盛干燥剂的吸收管收集释放的水分,测出吸收管校正后增加的质量。

2 试剂

2.1 干燥剂:粒度为0.8~1.25mm的无水高氯酸镁 $[\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2]$,或有同等干燥效果的其他合适干燥剂。因进入的氮气和残留在装置内的气体干燥程度必须完全一致,故干燥塔和吸收管应使用相同的干燥剂。要注意干燥塔、吸收管内干燥剂保持新鲜状态。

注:高氯酸镁是一种强氧化剂,禁止与有机物接触。失效时,不应投入垃圾箱,应用水冲洗出去。

2.2 硅胶。

2.3 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$):必要时用手工捣碎至粒度大约1mm,不要研磨。

2.4 氮气:经过滤和预干燥的无油氮气,每升含氧小于10 μl ,压力高于大气压35kPa。

3 仪器

3.1 测定装置:见图1。

3.2 天平:当有荷重吸收器时,能称量到0.1mg。

3.3 干燥炉:铝壳构制,能安装一个或几个玻璃干燥管(3.4),并至少能使干燥管160mm长的区域温度保持在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 范围内。

3.4 玻璃干燥管及其连接法见图2。

3.5 干燥塔:容积250ml,一个装硅胶(2.2),第二个装干燥剂(2.1),以干燥通入干燥管的氮气(2.4)。

3.6 流量计:能测量100~200 cm^3/min 范围的流速,如果以压缩两液面差做为测量流速的手段,则

国家标准局1986 08-19发布

1987-08-01实施

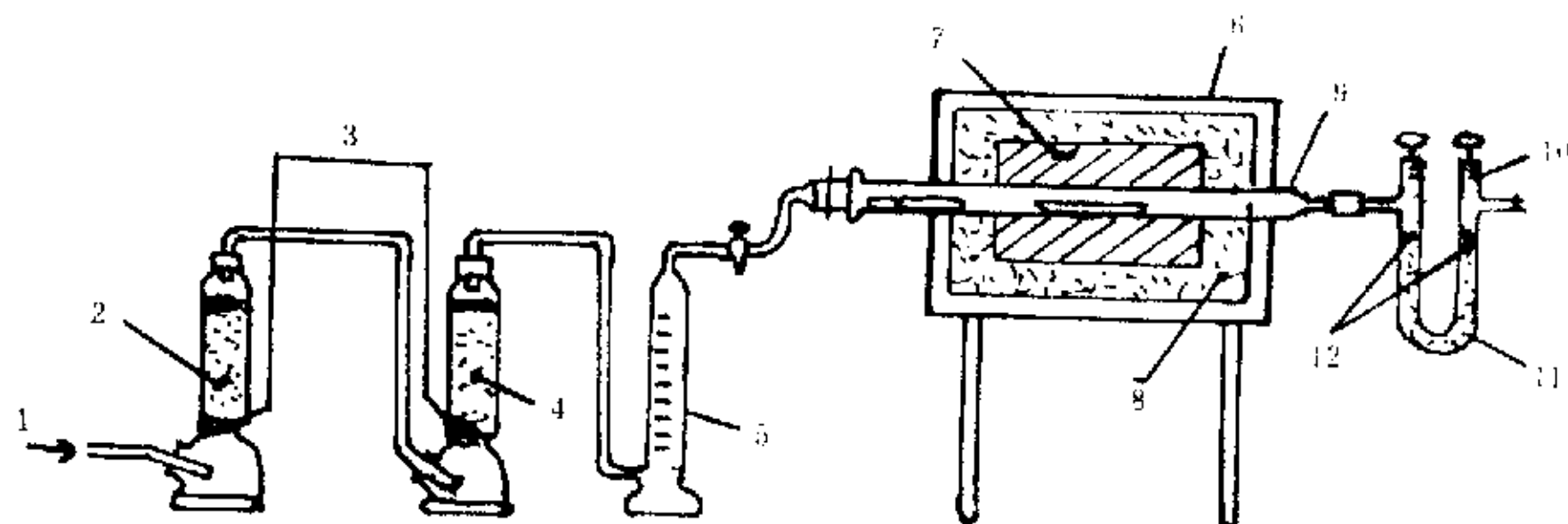


图 1

1—干燥的无氧氮气；2—硅胶；3、12—玻璃丝；4、11—高氯酸镁；5—流量计；
6—管式炉；7—铝件；8—隔热层；9—干燥管；10—吸收管

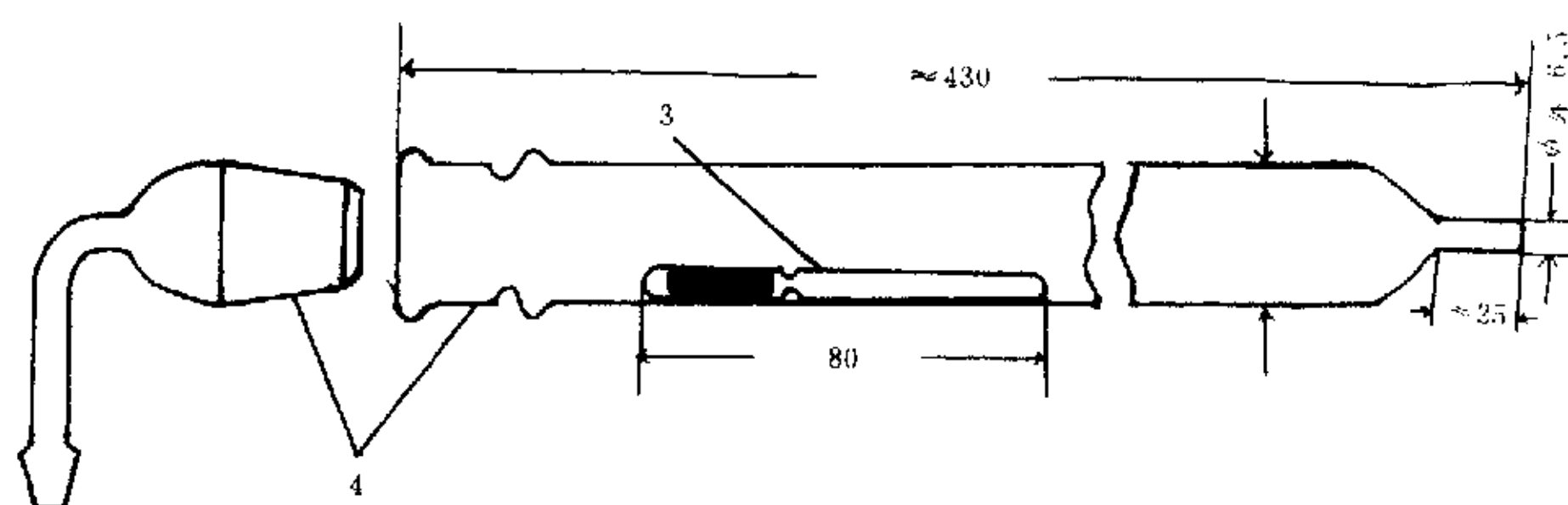
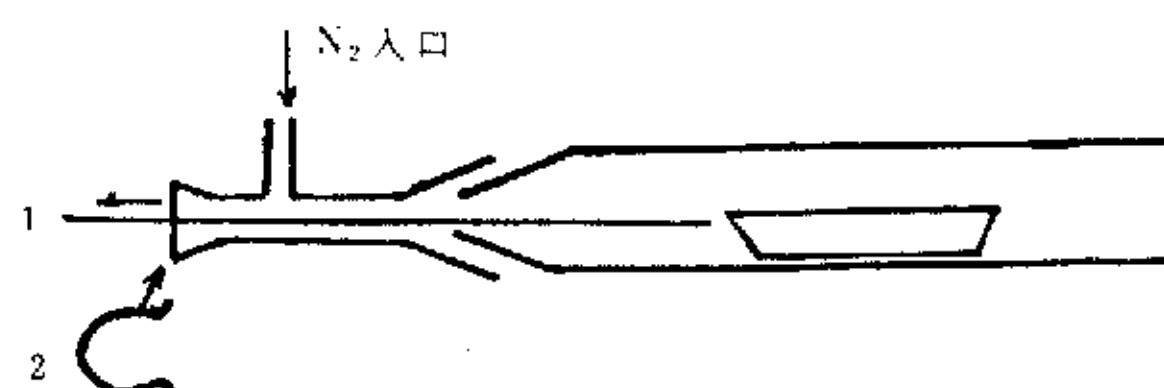


图 2

1—推杆；2—橡皮塞；3—镶在玻璃中的磁棒；4—磨口玻璃接头

气压计液体应是不挥发性油。

3.7 吸收管：具有合适的尺寸能容纳足够量干燥剂来完全吸收氮气流中的水分。吸收管应具有能关闭的进口和出口，并明确标明气流方向（U型管很适合），干燥剂应装严实，防止有“气沟”，并用玻璃棉挡住。

3.8 试样舟：稳定的材质，如玻璃、不锈钢、或瓷制的尺寸约为 $100\text{mm} \times 20\text{mm} \times 10\text{mm}$ 。盛样不得超过 $1.5\text{mg}/\text{mm}^3$ ，试样舟使用之前，应在 150°C 烘干。然后冷却，贮存于干燥器中。

3.9 烧结金属：烧结玻璃或类似的过滤器，装在干燥管和吸收管之间的软连接处。

3.10 氯丁合成橡胶软连接管（或其他不透气的胶管）：干燥塔后气流线路，软管连接长度应保持最短，只用于玻璃管之间的对接。

3.11 气流控制针状阀：置于流量计的出口端。

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于 $100\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

4.2 取一部分试样放在惰性的盘内，层密度不大于 $1\text{mg}/\text{mm}^2$ ，至少暴露2h使之与实验室气氛均衡。

5 分析步骤

5.1 仪器的调节

5.1.1 吸收管的调节

将干燥管(3.4)的温度升至 $105\pm 2^\circ\text{C}$ ，而且从5.1~5.4各步骤均应保持此温度。调节氮气流速，使通过干燥管的流速保持 $150\sim 200\text{cm}^3/\text{min}$ 。将塞严的吸收管(3.7)与干燥管连接，检查气路并保持不漏气(零流速)。打开吸收管活塞(必要时重新调流速)。让氮气通过干燥管15min。

注：只在当日首次测定之前，才需调节吸收管。

5.1.2 吸收管的称量

将吸收管的活塞关闭，停止氮气流。卸下吸收管，并塞住干燥管的出口。用洁净无松散纤维的手布擦吸收管，在天平室放置20min。瞬间启开吸收管的塞子使压力相等，然后称量，精确到0.1mg。

5.2 空白试验

再装上已称量的吸收管，通入氮气并检查装置的漏气处，打开吸收管活塞。

迅速取下干燥管的入口塞，在通向热区的入口处放一个空试样舟和磁推棒，立即塞上入口塞，用一块磁铁将试样舟移到干燥炉的中央。

注：①在5.2、5.3、5.4往干燥管内放试样过程中，应采取阻止外部湿气进入的预防措施。紧要的做法是小心敏捷。

②或采用塞孔入口塞和外推杆，这种方式，必须是推杆一抽出，尽快地把入口塞住(见图2)。

2h后完全按5.1.2所述的步骤继续操作。

空白试验中吸收管增加的质量应尽可能低到不超过2mg，试样分析之后，要重复做空白测定，确保空白试验值不变。

5.3 校正试验

注：当开始使用全套装置，或者其他时候，例如更换设备或操作人员，吸收管定期检查等，需做校正试验。

当已获得满意的空白试验值时，称取0.1~0.2g硫酸铜(2.3)精确至0.0002g，放在做过空白试验的已冷的试样舟中。硫酸铜称取量应与分析试样中预计的最大吸湿水含量大致相当。

用装有硫酸铜的试样舟，重复5.2操作。吸收管增加的质量校正空白后，应得到硫酸铜释放的水分值，范围在28.5~29.2% (m/m)内，超出此范围，要找原因。

5.4 测定

当空白试验得到满意值，且校正试验同样满意时，则按表1称取试样测定吸湿水量。称量要迅速并精确至0.1mg。

表1 称样量

吸湿水含量，% (m/m)	称样量，g
0.05 ~ 2	2.0
2 ~ 6	1.0

将试样移入干燥过的试样舟(3.8)均匀铺平，迅速按5.2操作，用装有待测试样的试样舟代替空

舟，记录吸收管的总增量。

当重复测定待测元素并需计算为干燥试样发报告时，也要重复测定吸湿水，最好换操作人员，否则，应在不同时间操作。吸湿水的值不应该平均，应各自用来校正相应的成分值。

6 分析结果的计算

6.1 按下式计算吸湿水（A）的百分含量：

$$A(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100$$

式中： m_1 ——测定中吸收管增加的质量，g；

m_2 ——空白试验中吸收管增加的质量，g；

m_3 ——称取的试样量，g。

6.2 最终结果的计算：

结果计算至小数第四位，并按数字修约规则的规定修约至小数第二位。

作为内部报告之用，吸湿水百分含量应报告精确至0.05%（ m/m ）。可将已修约至小数第二位的最终分析结果乘以2，然后按数字修约规则修约至小数第一位，再将结果除以2即得。

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。

本标准由包钢钢铁研究所起草。

本标准主要起草人殷坤龄、吴丽梅。

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》中水分的测定作废。