

铁矿石化学分析方法
二苯基碳酰二肼光度法测定铬量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.30—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The diphenyl carbazide photometric method
for the determination of chromium content

代替GB 1375—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铬量的测定。测定范围：0.010~0.500%。
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

试样用碱熔分解，水浸取，干过滤，取部分清液，在硫酸（ $0.1 \pm 0.025 \text{ mol/l}$ ）介质中，六价铬与二苯基碳酰二肼生成可溶性的紫红色络合物。在545nm处测量其吸光度。借此测定铬。

钒对本法有干扰。当钒量小于200μg时，可在显色后放置30 min消除干扰；当钒量大于200μg或钒比铬大10倍时，须用8-羟基喹啉—三氯甲烷萃取分离。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 碳酸钠（无水）。

2.3 硫酸（2 mol/l）。

2.4 8-羟基喹啉（0.25%）：乙酸（2 mol/l）溶液。

2.5 三氯甲烷。

2.6 二苯基碳酰二肼乙醇溶液（0.25%）：称取4g邻苯二甲酸酐置于250ml烧杯中，加入100ml无水乙醇，在水浴上温热溶解；再称取0.25g二苯基碳酰二肼溶于上述溶液中。用时现配（放阴暗处）。

2.7 对硝基酚溶液（0.1%）。

2.8 铬标准溶液

2.8.1 称取5.6578g预先经150℃烘1h的重铬酸钾（基准试剂）于烧杯中，加水溶解，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含2000.0μg铬。

2.8.2 移取20.00ml铬标准溶液（2.8.1），置于2000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含20.0μg铬。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100μm，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，粒度应小于160μm。

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

铬 量, %	试 样 量, g
0.010 ~ 0.050	0.5000
>0.050 ~ 0.100	0.2000
>0.100 ~ 0.300	0.2000
>0.300 ~ 0.500	0.2000

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）置于预先加有0.5g无水碳酸钠（2.2）的20ml刚玉坩埚中，加2g过氧化钠（2.1），混匀，并用少量过氧化钠（2.1）覆盖表面，于700~750℃熔融5~7min，冷却。

4.5.2 浸取

将坩埚置于400ml烧杯中，用温水浸取，洗出坩埚。保持溶液体积约200ml，煮沸20~30min，取下冷至室温，移入250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.3 试液的分取及处理**4.5.3.1 用中速滤纸干过滤于250ml烧杯中，按表2分取试液。**

表 2

铬 量, %	分 取 试 液 量, ml
0.010 ~ 0.050	50.00
>0.050 ~ 0.100	50.00
>0.100 ~ 0.300	25.00
>0.300 ~ 0.500	10.00

4.5.3.2 将分取试液置于100ml容量瓶中，加1滴对硝基酚溶液（2.7），用硫酸（2.3）中和至黄色退去，过量5.0ml，用水稀释至约80ml，加入3ml二苯基碳酰二肼（2.6），用水稀释至刻度，混匀。

4.5.3.3 试样含钒大于200μg或钒比铬大10倍时，按下述操作分离：将分取试液置于125ml分液漏斗中，加1滴对硝基酚溶液（2.7），用硫酸（2.3）调至无色，再过量4~5滴（此时溶液pH约4），加入3滴8-羟基喹啉（2.4），混匀。加入3~5ml三氯甲烷（2.5），振荡1min，分层后，弃去有机

相,如此再萃取1次。再加3~5 ml 三氯甲烷(2.5)洗涤水相一次,弃去有机相,将水相滤入100 ml 容量瓶中,用少量水洗分液漏斗及滤纸6~8次,补加5.0 ml 硫酸(2.3),用水稀释至约80 ml,加入3 ml 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(2.6),用水稀释至刻度,混匀。此时工作曲线的绘制也应同样处理。

4.5.4 测量

4.5.4.1 放置30 min后,将部分溶液移入2 cm比色皿中。

4.5.4.2 以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长545 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铬量。

4.6 工作曲线的绘制

4.6.1 称取0.5000 g含铬小于0.002%的铁矿试样数份,分别按4.5.1进行。各加入0.00, 2.50, 5.00, 7.50, 10.00, 12.50, 15.00, 17.00, 20.00 ml 铬标准溶液(2.8.2)以下分别按4.5.2进行。

4.6.2 试液的分取及显色

干过滤,分取滤液50.0 ml,以下按4.5.3.2~4.5.4.2进行。以试剂空白为参比,于分光光度计波长545 nm处测量其吸光度。以铬量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 铬的百分含量按下式计算:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铬量, 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3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3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:

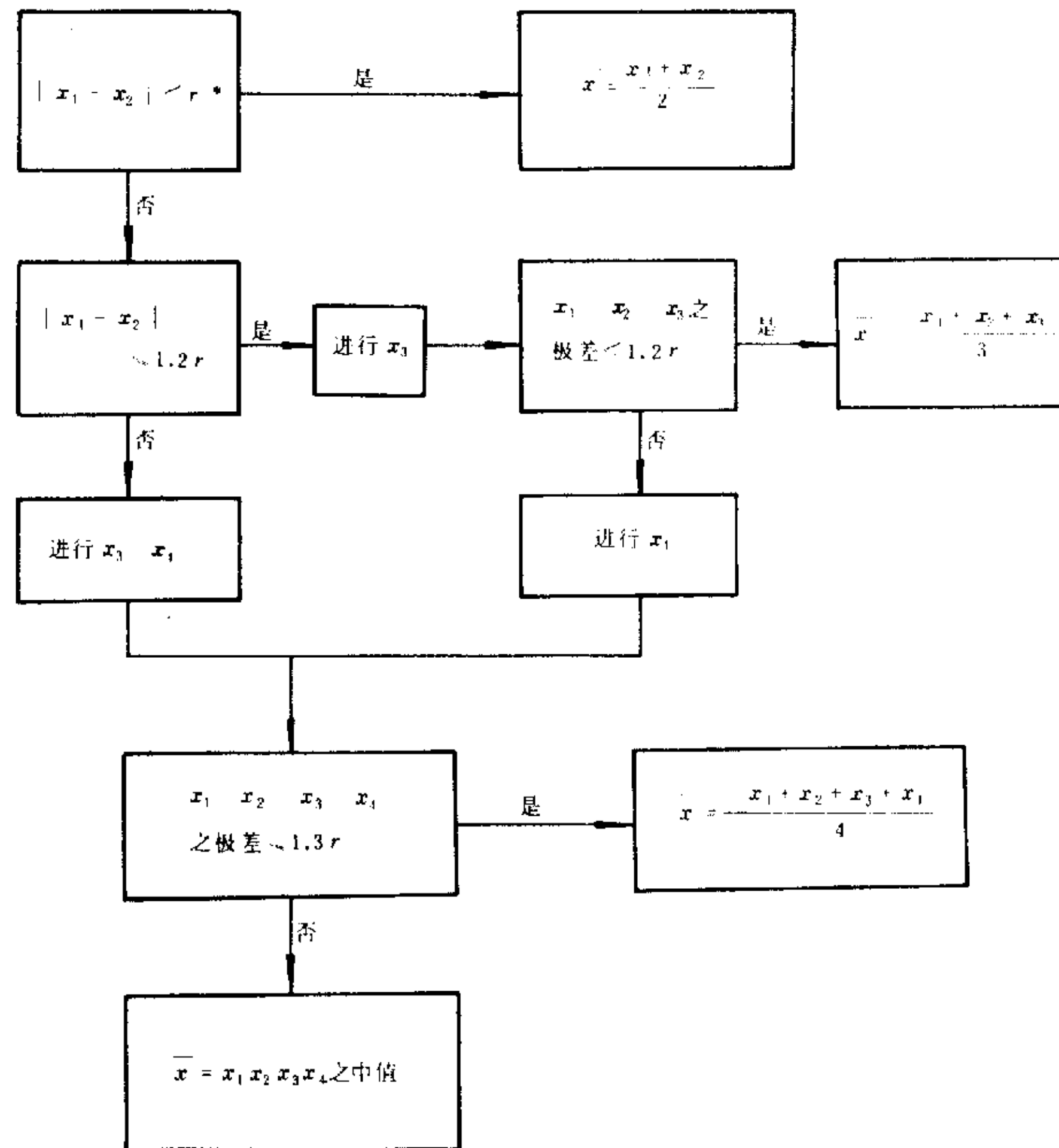
试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位,并按数字修约规则的规定修约至小数第三位。

6 允许差

表 3

铬 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
0.010~0.050	± 0.002	0.003
$>0.050\sim 0.100$	± 0.004	0.005
$>0.100\sim 0.500$	± 0.008	0.010

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。

本标准由西北有色金属地质勘探公司地质研究所、包头钢铁公司钢铁研究所起草。

本标准主要起草人张风筠、赵步华、雷淑芳。

* r即表 3 中所列允许差。