

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
氯化亚锡-氯化汞-重铬酸钾容
量法测定全铁量

UDC 622.341.1
543.06

GB 6730.4—86

代替 GB 1363—78

Methods for chemical analysis of iron ores
The stannous chloride mercuric chloride-
potassium dichromate volumetric method for
the determination of total iron content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中全铁量的测定。测定范围：20%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

试样用盐酸分解，过滤，滤液作为主液保存；残渣以氢氟酸除硅，焦硫酸钾熔融，盐酸浸取，用氢氧化铵使铁沉淀，过滤，沉淀用盐酸溶解与主液合并。用氯化亚锡还原，再用氯化汞氧化过剩的氯化亚锡，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定，借此测定全铁量。

2 试剂

2.1 焦硫酸钾。

2.2 盐酸 (ρ 1.19g/ml)。

2.3 盐酸 (1 + 1)。

2.4 盐酸 (1 + 2)。

2.5 盐酸 (1 + 10)。

2.6 氢氟酸 (ρ 1.15g/ml)。

2.7 氢氧化铵 (ρ 0.90g/ml)。

2.8 硫酸 (1 + 1)。

2.9 氯化汞饱和溶液。

2.10 氯化亚锡溶液 (6%)：称取6g氯化亚锡溶于20ml热盐酸 (ρ 1.19g/ml)中，用水稀释至100ml，混匀。

2.11 硫磷混酸：将150ml硫酸 (ρ 1.84g/ml)在搅拌下缓慢注入700ml水中，再加150ml磷酸 (ρ 1.70g/ml)。

2.12 二苯胺磺酸钠溶液 (0.2%)。

2.13 甲基橙溶液 (0.1%)。

2.14 硫酸亚铁铵溶液C [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂ · 6H₂O] $\approx$ 0.05mol/l，称取19.7g硫酸亚铁铵 [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂ · 6H₂O]溶于硫酸 (5 + 95)中，移入1000ml容量瓶中，用硫酸 (5 + 95)稀释至刻度，混匀。

2.15 重铬酸钾标准溶液C (K₂Cr₂O₇) = 0.008333mol/l：称取2.4515g预先在150℃烘干1h的重铬酸钾 (基准试剂)溶于水，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。或用当量试剂

直接配制。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于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

称取0.2000g试样。

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400ml烧杯中，加入30ml盐酸（2.2），低温加热（应控制在105℃以下）分解，待溶液体积至10~15ml时取下，加温水至溶液量约40ml，用中速滤纸过滤，用擦棒擦净烧杯壁，再用热水洗烧杯3~4次、残渣4~6次，将滤液和洗液收集于500ml烧杯中，作为主液保存。

将滤纸连同残渣^①，置于铂坩埚中，灰化，在800℃左右灼烧20min，冷却，加水润湿残渣，加4滴硫酸（2.8）、5ml氢氟酸（2.6），低温加热，蒸发至三氧化硫白烟冒尽，取下。加3g焦硫酸钾（2.1），在650℃左右熔融约5min，冷却，置于400ml烧杯中，加50ml盐酸（2.5）缓慢加热浸取，熔融物溶解后，用温水洗出铂坩埚^②。加热至沸，加2滴甲基橙溶液（2.13），用氢氧化铵（2.7）慢慢中和至指示剂变黄色，过量5ml，加热至沸，取下。待沉淀下降后，用快速滤纸过滤，用热水洗至无铂离子〔收集洗涤8次后的洗液约10ml，加1ml盐酸（2.3）、10滴氯化亚锡溶液（2.10），溶液无色，即表明无铂离子〕，用热盐酸（2.4）将沉淀溶解于原烧杯中，并洗至无黄色，再用热水洗3~4次，将此溶液与主液合并^③。低温加热浓缩至约30ml。

注：① 亦可将残渣置于刚玉坩埚中，灰化，在800℃灼烧20min，冷却，加2g过氧化钠、1g无水碳酸钠，混匀后在800℃熔融10~15min，冷却，用约50ml盐酸（2.4）分次将熔融物溶洗入主液中，再用热水洗净坩埚，低温加热浓缩体积至约30ml，以下按4.5.2进行。

② 试样含铜大于0.08%时，先将主液加10ml盐酸（2.2）、5ml过氧化氢（30%），煮沸5min，取下。将残渣浸取液与主液合并，加热至沸，用氢氧化铵（2.7）慢慢中和至生成氢氧化铁沉淀，过量10ml，煮沸取下。待沉淀下降后，用快速滤纸过滤，用热氢氧化铵（5+95）洗8~10次，用热盐酸（2.4）将沉淀溶解于原烧杯中，并洗至无黄色，再用热水洗3~4次，将此溶液低温加热浓缩至约30ml，以下按4.5.2进行。

③ 试样中含钒0.15~2.0mg时，将溶液低温加热浓缩至约10ml，用氯化亚锡溶液（2.10）还原至无色，再滴加高锰酸钾溶液（4%）至溶液变黄，并过量10滴，加40ml水、1ml硫酸（ ρ 1.84g/ml），煮沸2min。

4.5.2 还原、滴定

趁热用少量水冲洗杯壁，立即在搅拌下滴加氯化亚锡溶液（2.10）至黄色消失，并过量1~2滴，流水冷却至室温，加入5ml氯化汞饱和溶液（2.9），混匀，静置3min，加150~200ml水，加30ml硫磷混酸（2.11）、5滴二苯胺磺酸钠溶液（2.12），立即以重铬酸钾标准溶液（2.15）滴定至稳定紫色。

4.5.3 空白测定

空白试液滴定时, 在加硫磷混酸 (2.11) 之前, 加入 6.00 ml 硫酸亚铁铵溶液 (2.14), 滴定后记下消耗重铬酸钾标准溶液 (2.15) 的毫升数 (A), 再向溶液中加入 6.00 ml 硫酸亚铁铵溶液 (2.14), 再以重铬酸钾标准溶液 (2.15) 滴定至稳定紫色, 记下滴定的毫升数 (B), 则 $V_0 = A - B$ 即为空白值。

5 分析结果的计算

5.1 按下式计算全铁的百分含量:

$$T_{\text{Fe}} (\%) = \frac{(V - V_0) \times 0.0027925}{m} \times 100 \times K$$

式中: V —— 试样消耗重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

V_0 —— 空白试验消耗重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

m —— 试样量, g;

0.0027925 —— 1 ml 0.008333 mol/l 重铬酸钾标准溶液相当于铁量, g;

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 是按照 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 1 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 1 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:

试样的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。

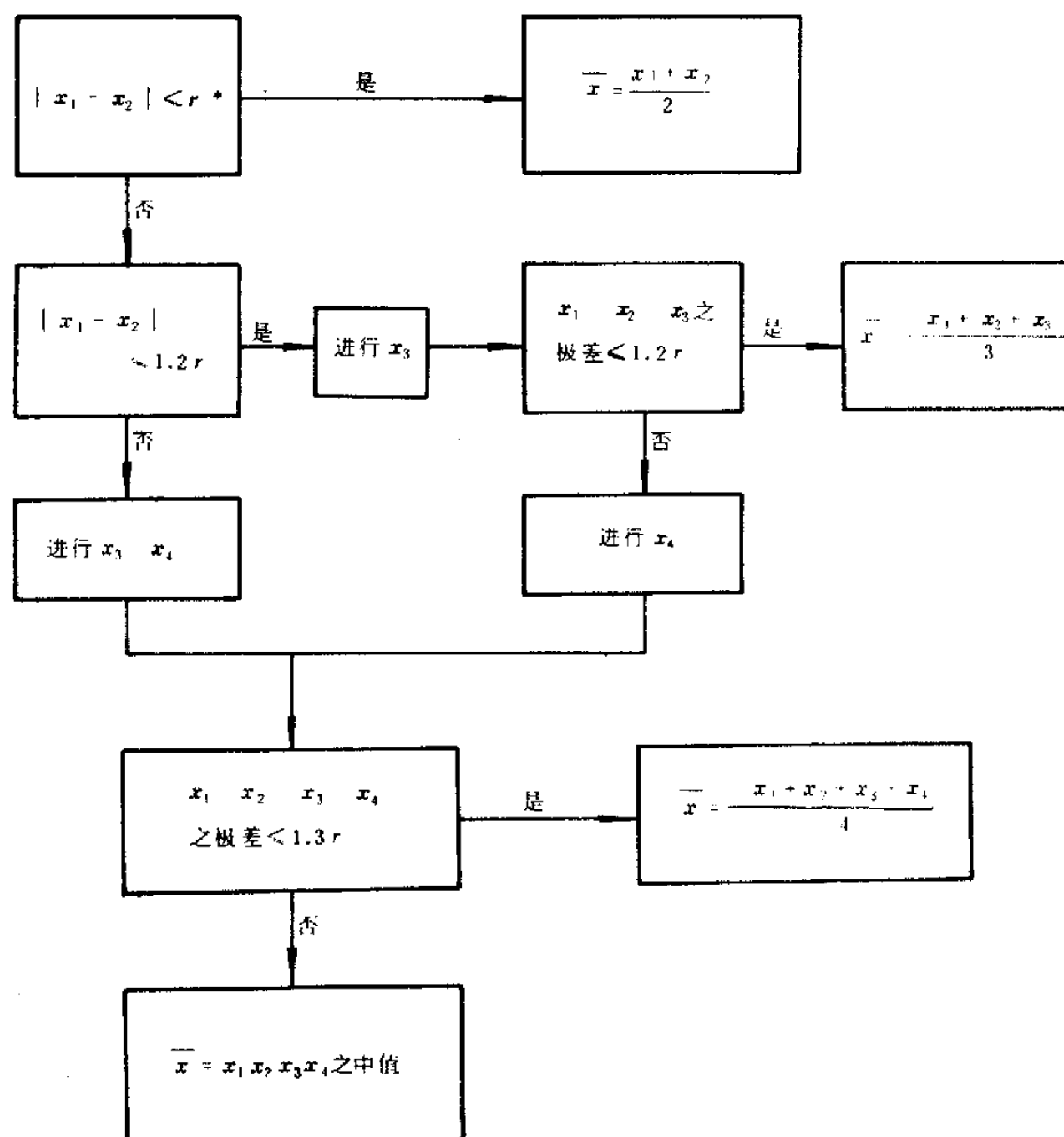
6 允许差

表 1

%

全 铁 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
< 50.0	± 0.14	0.20
≥ 50.0	± 0.21	0.30

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。

本标准由本溪钢铁公司起草。

本标准主要起草人麻作贵、冯桂兰。

*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》中铁的测定作废。

* r即表1中所列允许差。