

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法 示波极谱法测定铅量

Methods for chemical analysis of iron ores
The oscillographic polarography method for
the determination of lead content

UDC 622.341.1
: 543.06

GB 6730.41 - 86

代替 GB 1381 - 78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铅量的测定。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

在3 mol/l盐酸底液中，铅在滴汞电极上产生良好的还原波，峰电位为-0.53V/(对饱和甘汞电极)。铅的浓度在0.02~1 mg/25ml范围内，波高与浓度成正比。

试样用盐酸、氢氟酸及硝酸分解，硫酸冒烟，然后在稀硫酸介质中，用锍作共沉淀剂以富集微量铅与干扰元素分离。将沉淀转化为碳酸盐，溶于盐酸后，在3 mol/l盐酸中测定。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 还原铁粉。

2.3 盐酸 (ρ 1.19g/ml)：优级纯。

2.4 盐酸 (1 + 1)。

2.5 盐酸 (1 + 3)。

2.6 盐酸 (5 + 95)。

2.7 硝酸 (ρ 1.42g/ml)：优级纯。

2.8 硫酸 (ρ 1.84g/ml)：优级纯。

2.9 硫酸 (1 + 1)。

2.10 硫酸 (5 + 95)。

2.11 氢氟酸 (ρ 1.15g/ml)。

2.12 高氯酸 (ρ 1.67g/ml)。

2.13 碳酸钠溶液 (10%)。

2.14 碳酸钠溶液 (3%)。

2.15 明胶溶液 (0.5%)：将0.5g明胶溶解于100ml近沸的水中。用时现配。

2.16 明胶 (0.005%) - 盐酸 (3 mol/l) 底液：取125ml盐酸 (2.3)，加5 ml明胶溶液 (2.15)，用水稀释至500ml，混匀。

2.17 硝酸锍溶液：称取24.1g硝酸锍，加水溶解，移入200ml容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含50mg锍。

2.18 甲基橙 (0.05%)。

2.19 氢氧化钠 (20%)：贮于塑料瓶中。

2.20 铅标准溶液

国家标准局1986 - 08 - 19发布

1987 - 08 - 01实施

2.20.1 称取1.0000g金属铅(99.9%),置于200ml烧杯中,加50~60ml硝酸(1+1),加热至完全溶解,冷却至室温,移入500ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含2.00mg铅。

2.20.2 移取50.00ml铅标准溶液(2.20.1),置于500ml容量瓶中,用硝酸(5+95)稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含200.0μg铅。

3 仪器

示波极谱仪(饱和甘汞电极为阳极)。

4 试样

4.1 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最高时,粒度应小于160μm。

4.2 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。

5 分析步骤

5.1 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。

5.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

铅 量, %	试 样 量, g
0.01~0.10	0.5000
>0.10~0.50	0.2000

5.3 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。

5.4 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。

5.5 测定

5.5.1 试样的分解

5.5.1.1 将试样(5.2)置于100ml聚四氟乙烯(PTFE)烧杯中,以水润湿,加10ml盐酸(2.3)与10ml氢氟酸(2.11),低温加热溶解1h,加5ml硝酸(2.7),继续加热至试样完全分解。

5.5.1.2 溶液冷却后,加25ml硫酸(2.9),加热蒸发至冒浓烟,取下冷却,以少量水冲洗杯壁,再蒸发至冒浓烟,取下冷却。加50ml水,加热使可溶性盐类溶解,将溶液移入200ml烧杯中,以30ml水分次洗净PTFE烧杯。

5.5.1.3 加热煮沸。在搅拌下逐滴加入2ml硝酸铈溶液(2.17),再煮沸后保温90min,冷至室温(或放置过夜)。

注:一般铁矿经如此处理均能完全分解。如遇难溶试样且不溶残渣中含铅时,作如下处理:于烧杯中加2ml高氯酸(2.12),冒烟至全干涸,冷却,加20ml盐酸(2.4),加热至可溶性盐类溶解,过滤于200ml烧杯中,用水洗烧杯与滤纸3~4次,滤液保留。不溶残渣连同滤纸置于刚玉坩埚中灰化,加1g过氧化钠(2.1),混匀后,在700℃左右,熔融5~10min,冷却后,以少量水浸取熔融物,用盐酸(2.4)中和至沉淀溶解,与滤液合并。以下按5.5.1.3进行。

5.5.2 分离

5.5.2.1 沉淀用9 cm的慢速定量滤纸过滤，用硫酸(2.10)洗烧杯及沉淀各3~4次，再用水洗烧杯及沉淀6~7次。将沉淀与滤纸放入原烧杯中，加8 ml硝酸(2.7)与2 ml高氯酸(2.12)，小心低温加热至高氯酸冒烟并回流2~3 min以破坏滤纸(如仍破坏不完全，则滴加硝酸继续氧化)，冷却后用约10 ml水洗涤杯壁，加1滴甲基橙(2.18)，以氢氧化钠溶液(2.19)中和至刚变黄色，加30 ml碳酸钠溶液(2.13)，煮沸后于80~90℃保温1 h。

5.5.2.2 冷却后，以慢速定量滤纸过滤，用碳酸钠溶液(2.14)洗沉淀及烧杯5~6次，再用水洗3~4次。

注：试样含钡量超过20 mg时，沉淀用慢速定量滤纸过滤，用水洗2~3次，沉淀保存。在滤液内加入2 ml硝酸铈溶液(2.17)，低温加热煮沸，冷却后，在原滤纸上过滤，用水洗烧杯2次，洗沉淀8~10次，以下按5.5.2.3进行。

5.5.2.3 然后用盐酸(2.6)将沉淀从漏斗上溶解于原烧杯中(溶解时在漏斗上盖上表皿，以防剧烈反应而溅失)。再用盐酸(2.5)洗表皿及滤纸2~3次，用热水洗数次。

5.5.2.4 低温蒸发溶液至近干，加12.5 ml盐酸(2.4)温热使盐类溶解后，冷至室温，移入25 ml容量瓶中，加0.25 ml明胶(2.15)，用水洗烧杯并稀释至刻度，混匀，倾去少量溶液。加50~100 mg铁粉(2.2)摇动溶液并放置20 min后用磁铁在瓶底吸住铁粉。

注：铅量小于0.05%时，将溶液低温蒸发至干涸，加10 ml含0.005%明胶的盐酸底液(2.16)，摇动溶液使盐类溶解。移入25 ml烧杯中，加约50 mg铁粉(2.2)摇动溶液，放置20 min后，用磁铁吸留铁粉于烧杯一侧，以下按5.5.3进行。

5.5.3 测量

5.5.3.1 将部分溶液倒入15 ml烧杯中(第一次溶液弃去)，在起始电位-0.30 V进行测定。记录铅的波高，减去随同试样空白的波高。

5.5.3.2 从工作曲线上查出相应的铅量。

5.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 0.50, 2.00, 3.50, 5.00 ml铅标准溶液(2.20.2)，分别置于5个PTFE烧杯中，以下按试样的分解(5.5.1)、分离(5.5.2)与测量(5.5.3.1)各步进行。以铅量为横坐标，波高为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

6.1 按下式计算铅的百分含量：

$$\text{Pb}(\%) = \frac{m_1}{m \times 10^6} \times 100 \times K$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的铅量， μg ；

m ——试样量，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》测定得到的吸湿水量百分数。

6.2 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。

6.3 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。

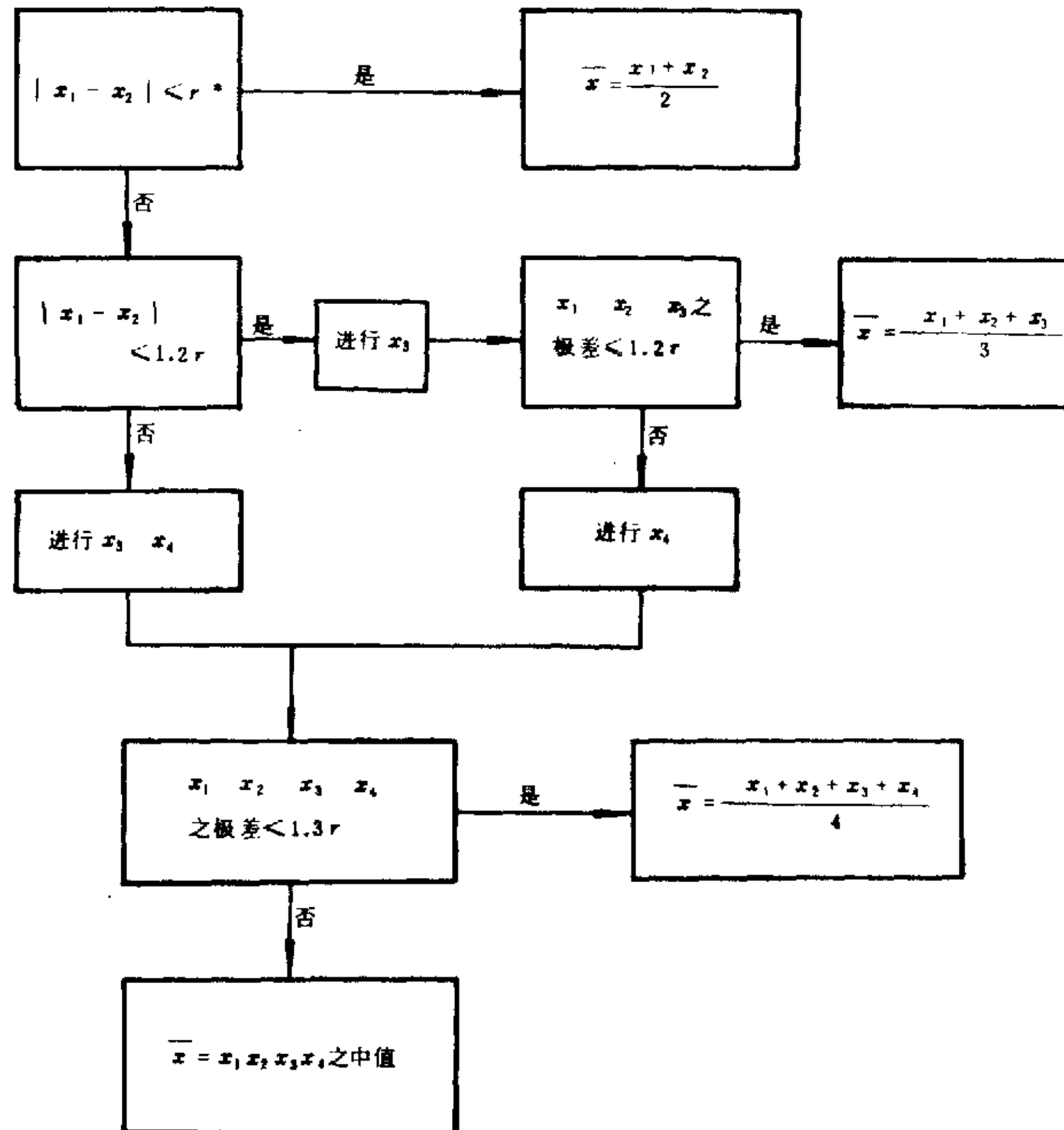
7 允许差

表 2

%

铅 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
0.010 ~ 0.050	± 0.003	0.004
$> 0.050 \sim 0.100$	± 0.006	0.008
$> 0.100 \sim 0.200$	± 0.008	0.010
$> 0.200 \sim 0.500$	± 0.015	0.020

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。

本标准由中南冶金地质研究所起草。

本标准主要起草人俞德生、王绵江。

• r即表2中所列允许差。