

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
示波极谱法测定锌量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.43—86

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

代替 GB 1382—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中锌量的测定。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2.5mol/l氢氧化铵-1mol/l氯化铵底液中，锌在滴汞电极上产生良好的还原波，峰电位为-1.40V（对饱和甘汞电极），锌的浓度在0.1~3.0mg/50ml范围内，波高与浓度成正比。

试样分解后，用氟化铵、硫脲、亚硝基-R盐掩蔽铁、铜、钴，用三氯甲烷萃取锌-硫氰酸盐-二安替吡啉甲烷三元络合物，然后以氢氧化铵-氯化铵（pH9~10）溶液反萃取，最后在上述底液中进行极谱测定。

2 试剂

- 2.1 碳酸钾（无水）。
- 2.2 氢氧化钾。
- 2.3 盐酸（ ρ 1.19g/ml）。
- 2.4 盐酸（1+1）。
- 2.5 盐酸（1+9）。
- 2.6 盐酸（5+95）。
- 2.7 硝酸（ ρ 1.42g/ml）。
- 2.8 高氯酸（ ρ 1.67g/ml）。
- 2.9 氢氟酸（ ρ 1.15g/ml）。
- 2.10 氢氧化铵（ ρ 0.90g/ml）。
- 2.11 氢氧化铵（1+9）。
- 2.12 三氯甲烷。
- 2.13 二安替吡啉甲烷(DAM)-三氯甲烷溶液(1%)：称取5g DAM溶于500ml三氯甲烷(2.12)中。
- 2.14 明胶溶液(0.5%)：用时现配。
- 2.15 亚硝基-R盐溶液(1%)。
- 2.16 硫脲溶液(10%)。
- 2.17 亚硫酸钠溶液(10%)：称取10g无水亚硫酸钠溶于水并稀释至100ml，混匀。
- 2.18 氟化铵溶液(25%)：于塑料杯中配制，并贮于塑料瓶中。
- 2.19 硫氰酸铵溶液(50%)。
- 2.20 硫氰酸铵溶液(1%)。

2.21 混合底液 (10mol/l氢氧化铵-4mol/l氯化铵):称取214g氯化铵溶于700ml氢氧化铵(2.10)中,以水稀释至1000ml,混匀。

2.22 锌反萃取液:取5ml混合底液(2.21)加95ml水,混匀。

2.23 锌标准溶液

2.23.1 称取1.0000g锌(99.9%以上),置于300ml烧杯中,加20ml盐酸(2.4),低温溶解完全,冷至室温,移入1000ml容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含1.00mg锌。

2.23.2 移取10.00ml锌标准溶液(2.23.1),置于100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含100.0μg锌。

3 仪器

示波极谱仪(饱和甘汞电极作阳极)。

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高时,其粒度应小于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

锌量, %	试样量, g
0.01~0.10	1.000
>0.10~0.30	0.5000
>0.30~0.50	0.2500

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

将试样(5.2)置于100~200ml聚四氟乙烯烧杯中(不盖表皿),以水润湿,加10ml盐酸(2.3)、8ml氢氟酸(2.9),低温加热30min,加3ml硝酸(2.7)、2ml高氯酸(2.8),继续加热至高氯酸冒浓白烟,取下冷却,用水冲洗杯壁,加5ml盐酸(2.3)、5ml水,加热使可溶性盐类溶解,将溶液蒸发至湿盐状,加6ml盐酸(2.4),加热使盐类溶解。

注:不溶残渣含锌时,作如下处理:将溶液加20ml热水,过滤,以热盐酸(2.6)洗涤残渣及滤纸至无黄色,滤液浓缩至10ml作为主液保存。残渣置于25ml刚玉坩埚(或铂坩埚)中,灰化,在800℃左右灼烧10~20min,

冷却，加1g无水碳酸钾、2粒氢氧化钾（用铂坩埚时不加），在900℃熔融10min，冷却，以5ml盐酸（2.4）溶解熔融物，并以盐酸（2.6）洗净坩埚，溶液并入主液中。

5.5.2 分离

5.5.2.1 将溶液冷却后移入125ml分液漏斗中，并以20ml水分数次冲洗烧杯，然后依次加入10ml硫氰酸铵（2.19），混匀，用塑料量杯加入20ml氟化铵（2.18），摇至红色退尽，加10ml硫脲（2.16），混匀，加20ml DAM-三氯甲烷（2.13），振荡1min，静置分层后，将有机相放入另一分液漏斗中，再加10ml DAM-三氯甲烷（2.13），振荡1min，静置分层后，合并有机相。水相再用5ml三氯甲烷（2.12）振荡洗涤一次，三氯甲烷放入合并的有机相中。弃去水相，并立即洗净分液漏斗。

注：① 分析中应使用无锌玻璃。若用原料成分不明的分液漏斗时，可按分析步骤的萃取部分起，测得空白的含锌量不超过35μg时方可使用。

② 加入氟化铵后须混匀。否则部分铁将与锌一起被萃取。由于氟化铵腐蚀玻璃，须立即萃取。

5.5.2.2 于有机相中加25ml硫氰酸铵（2.20）、5ml亚硝基-R盐（2.15）、9滴氢氧化铵（2.11）（约为0.5ml），振荡20s之后加5ml盐酸（2.5），振荡1min，静置分层后，将有机相放入原分液漏斗中，以3ml三氯甲烷洗涤水相，将三氯甲烷并入原分液漏斗中。弃去水相，并立即洗净分液漏斗。

5.5.2.3 加25ml锌反萃取液（2.22）于有机相中，振荡1min，静置分层后，弃去有机相。将水相放入原烧杯中，以少量水洗净分液漏斗，洗液并入原烧杯中。

5.5.2.4 将上述溶液低温蒸发至小体积，加5ml硝酸（2.7），蒸发至干。分两次各加5ml盐酸（2.3），蒸发至干以赶尽硝酸根，再加5ml盐酸（2.4），加热使盐类溶解。将溶液移入50ml容量瓶中，用水洗净烧杯。

5.5.3 测量

5.5.3.1 加12.5ml混合底液（2.21），混匀。冷至室温，加5ml亚硫酸钠溶液（2.17）、1ml明胶溶液（2.14），以水稀释至刻度，混匀。

5.5.3.2 将部分溶液倒入电解池中，在起始电位-1.20V进行测定。记录锌的波高。

5.5.3.3 减去随同试样空白的波高，从工作曲线上查出相应的锌量。

5.6 工作曲线的绘制

移取0.00，1.00，5.00，10.00，15.00，20.00ml锌标准溶液（2.23.2），分别置于6个50ml容量瓶中，以下按5.5.3.1~5.5.3.2进行。减去试剂空白的波高，以锌量为横坐标，波高为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

6.1 按下式计算锌的百分含量：

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

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的锌量，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》测定得到的吸湿水质量百分数。

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六位，并按数字修约规则的规定修约至小数第四位或第三位。

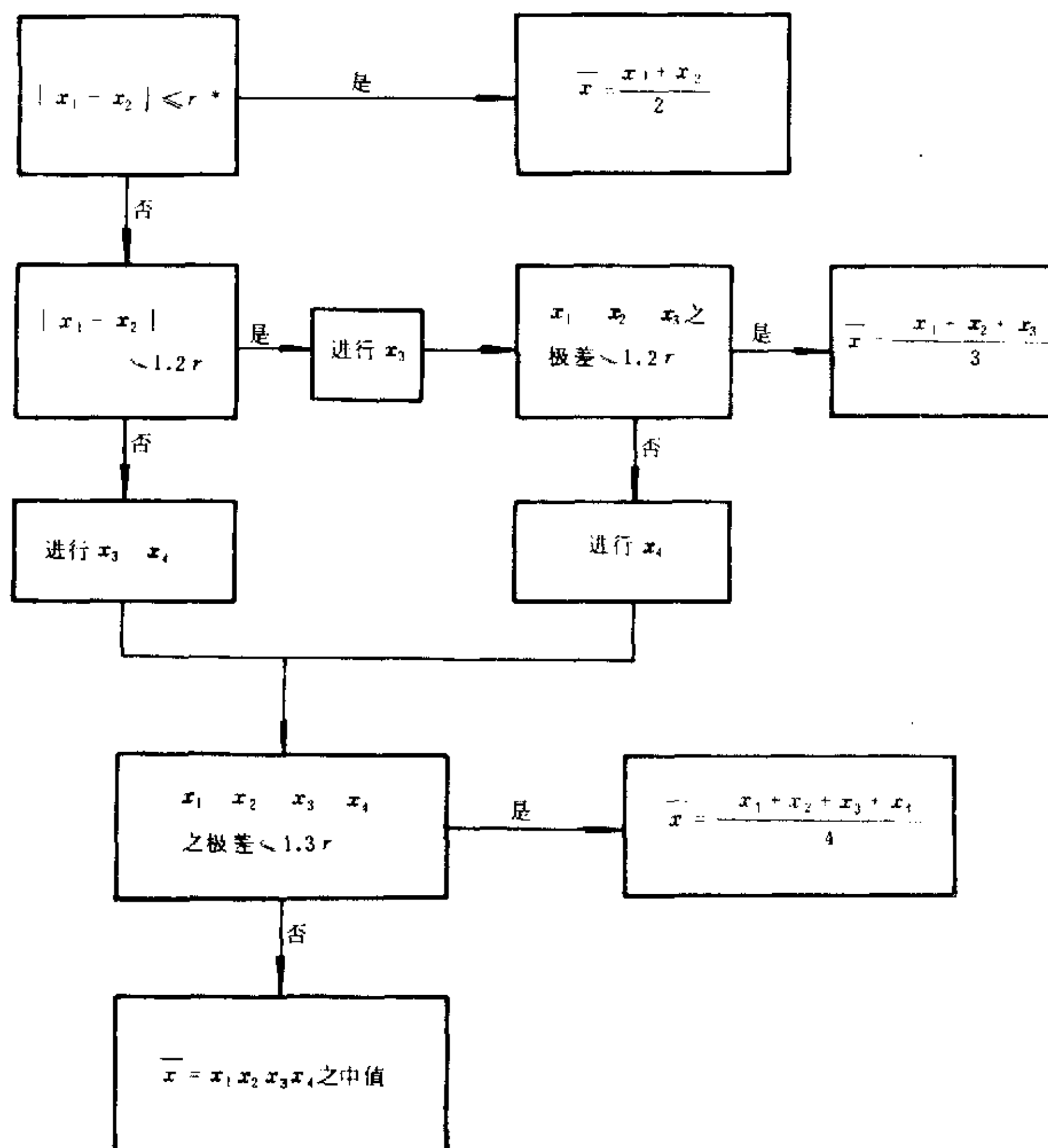
7 允许差

表 2

26

锌 量	标样允许差	试样允许差
0.010 ~ 0.050	± 0.004	0.005
0.050 ~ 0.100	± 0.008	0.010
0.100 ~ 0.250	± 0.015	0.020
0.250 ~ 0.500	± 0.020	0.030

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。

本标准由广西冶金研究所起草。

本标准主要起草人李湛仁、丁之。

* r 即表 2 中所列允许差。