

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚
光度法测定锌量

Methods for chemical analysis of iron ores
The 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol
photometric method for the
determination of zinc content

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.44-86

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：0.010~0.050%。
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

试样以盐酸、硝酸、氢氟酸、硫酸分解，过滤；残渣以碱熔融。加氟化钠、氯化铵、氢氧化铵及二乙基二硫代氨基甲酸钠（铜试剂）进行沉淀分离。用甲基异丁基酮-硫氰酸铵萃取锌，使其与大量铁、铜、铝、锰、镍、镉等元素分离。在有机相中加入1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）与锌生成红色络合物，在波长548nm处，测其吸光度，借此测定锌。

2 试剂

本法所用水和各种溶液在制备、贮存及使用时，均不能与橡胶管等橡胶制品接触。

- 2.1 无水碳酸钠。
- 2.2 氯化铵。
- 2.3 盐酸（ ρ 1.19g/ml）。
- 2.4 硝酸（ ρ 1.42g/ml）。
- 2.5 硫酸（1+1）。
- 2.6 硫酸（1mol/l）。
- 2.7 氢氟酸（ ρ 1.15g/ml）。
- 2.8 氢氧化铵（ ρ 0.90g/ml）。
- 2.9 无水乙醇。
- 2.10 甲基异丁基酮。
- 2.11 亚硝酸钠溶液（2%）。
- 2.12 二乙基二硫代氨基甲酸钠（铜试剂）溶液（1%）；用时现配。
- 2.13 硫氰酸铵溶液（1mol/l）：30g硫氰酸铵溶于70ml水中，移入125ml分液漏斗中，每次以20ml甲基异丁基酮萃取至有机相无红色，最后将水相以水稀释至400ml，混匀。
- 2.14 氯化铵溶液（20%）：称取60g氯化铵加水溶解并以水稀释至300ml。每100ml此溶液加5ml硫氰酸铵溶液（2.13），每次以20ml甲基异丁基酮萃取至有机相无红色，弃去有机相。
- 2.15 氟化钠饱和溶液：称取20g氟化钠于500ml塑料杯中，加400ml热水，以塑料棒搅拌溶解，冷却后使用。
- 2.16 硫氰酸铵洗液：取60ml氯化铵溶液（2.14）、40ml硫氰酸铵溶液（2.13），加5ml氟化钠饱

和溶液(2.15)以水稀释至300ml,贮于塑料瓶中。

2.17 PAN 甲基异丁基酮:称取0.5g1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)溶于100ml甲基异丁基酮中。

2.18 对硝基酚溶液(0.05%)。

2.19 锌标准溶液

2.19.1 称取0.5000g金属锌(99.9%)于250ml烧杯中,加20ml盐酸(1+1),加热溶解后,加5ml硫酸(2.5),加热蒸发至冒白烟,取下冷却,加少量水溶解盐类,冷却至室温,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含500.0μg锌。

2.19.2 移取10.00ml锌标准溶液(2.19.1),置于1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含5.00μg锌。

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,其粒度应小于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

试 量 %	试样量 g	加入硫酸(2.5) ml	分取溶液 ml	备 注
0.01~0.06	0.5000	4	10.0	
>0.06~0.15	0.2000	3	10.0	
>0.15~0.30	0.1000	2	10.0	
0.30以上	0.1000	2	5.0	以空白试液 补至10ml

4.3 空白试验

随同试样做空白试验〔但溶样时加2ml硫酸(2.5)冒烟,浸取的熔融物合并于主液后,在搅拌下滴加盐酸(2.3)至无气泡产生,再过量2ml。中和时,先用氢氧化铵(2.8)中和至有氨味,再以硫酸(2.5)中和至无氨味〕,所用试剂须取自同一试剂瓶。本方法使用的烧杯、容量瓶、分液漏斗等玻璃器皿,均应不含锌。而且每次使用后都必须用浓硫酸清洗,再用水多次清洗,方可使用。

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)置于聚四氟乙烯烧杯中,加15ml盐酸(2.3),低温加热15min,加5ml硝酸(2.4),

再加热分解30~60min,取下,以少量水冲洗杯壁,加5ml氢氟酸(2.7),不盖表皿,加热浓缩至15ml左右,取下,按表1加硫酸(2.5),继续加热至冒浓厚白烟5~10min,取下冷却,以少量水冲洗杯壁(控制在15ml左右),加热溶解可溶性盐类,取下冷却,以中速定量滤纸过滤于聚四氟乙烯烧杯中,以少量水洗杯壁及滤纸6~7次,滤液作为主液保存。

将残渣连同滤纸置于铂坩埚中灰化,在600℃左右灼烧约20min,加1.5g无水碳酸钠(2.1),在950℃左右熔融5~10min,稍冷,往铂坩埚中加10ml热水,低温加热溶解后将溶液倾入主液中,残余熔融物以少量盐酸溶解,以水冲洗入主液中。

4.5.2 分离

4.5.2.1 溶液中加入盐酸(2.3)至沉淀溶解,并过量1~2ml,煮沸2min,除尽二氧化碳,浓缩体积至15ml左右,取下冷却,以氢氧化铵(2.8)中和至有稳定的氢氧化铁沉淀出现,再以硫酸(2.5)中和至恰好溶解,并过量3滴,溶液加热至近沸,加20ml氯化钠饱和溶液(2.15),煮沸,取下冷却,加4g氯化铵(2.2),搅拌至溶解后,加30ml氢氧化铵(2.8),搅匀,加10ml铜试剂溶液(2.12),搅匀,冷至室温,移入100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。静置30min以上,用中速滤纸干过滤(如滤液浑浊应重新过滤)。

4.5.2.2 按表1分取溶液,置于塑料杯中,加2ml亚硝酸钠溶液(2.11)、2滴对硝基酚溶液(2.18),以硫酸(2.5)中和至无色,冷至室温,移入125ml分液漏斗中,以氢氧化铵(2.8)中和至黄色出现,再用硫酸(2.6)调至恰好无色。

4.5.2.3 加4ml硫氰酸铵溶液(2.13),混匀,加16ml甲基异丁基酮(2.10),振荡1min,分层后弃去水相。

4.5.3 测量

4.5.3.1 向有机相中加10ml硫氰酸铵洗液(2.16),振荡30s,分层后弃去水相,如上操作再洗1次,将大部分水相放掉,放置5min,再慢慢地把水相放尽(此时有机相应恰好充满分液漏斗活塞孔),用滤纸擦净漏斗颈内的水滴。

4.5.3.2 将有机相放入已盛有4ml无水乙醇(2.9)的25ml干燥容量瓶中,加0.1ml氢氧化铵(2.8),混匀。立即加4.0mlPAN-甲基异丁基酮(2.17),用甲基异丁基酮(2.10)稀释至刻度,混匀。

注:萃取后的有机相,必须在显色前才加入氢氧化铵(2.8)。加入PAN-甲基异丁基酮(2.17)后,如浑浊,可滴加1~2滴氢氧化铵使溶液清亮。

4.5.3.3 30min后,将部分溶液移入0.5cm比色皿中,以随同试样空白为参比,于分光光度计波长548nm处,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的锌量。

注:随同试样空白与工作曲线浓度为零的一份溶液,两者吸光度之差一般不应超过0.03,否则应查明原因,重新测定。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00ml锌标准溶液(2.19.2),分别置于7个分液漏斗中,加水至22ml,各加2ml氯化铵溶液(2.14)、2ml亚硝酸钠溶液(2.11)、2滴对硝基酚溶液(2.18),以氢氧化铵(2.8)中和至黄色,再以硫酸(2.6)中和至恰好无色,以下按4.5.2.3~4.5.3.2进行。30min后,将部分溶液移入0.5cm比色皿中,以浓度为零的一份溶液为参比,于分光光度计波长548nm处,测量其吸光度,以锌量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按下式计算锌的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的锌量, 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 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。

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。

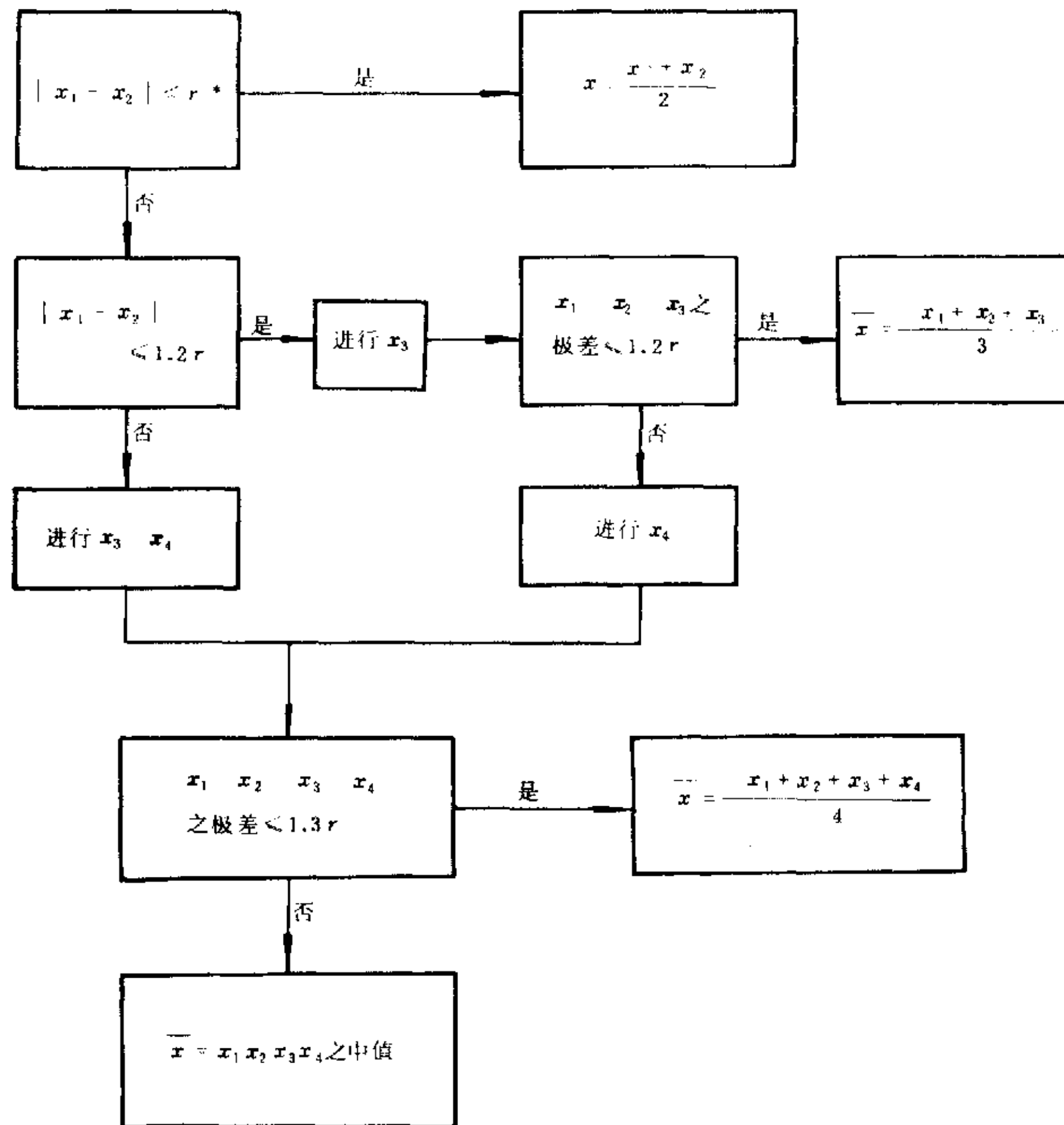
6 允许差

表 2

%

锌 量	标样允许差	试样允许差
0.010 ~ 0.050	± 0.004	0.005
$\geq 0.050 \sim 0.100$	± 0.008	0.010
$\geq 0.100 \sim 0.250$	± 0.015	0.020
$\geq 0.250 \sim 0.500$	± 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。

本标准由中国有色金属总公司广东地质研究所起草。

本标准主要起草人梁远祚。

* r即表 2 中所列允许差。