

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
三氯化铁-乙酸钠容量
法测定金属铁量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.6—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The ferric chloride-sodium acetate volumetric
method for the determination of metallic iron content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中金属铁量的测定。测定范围：0.3～2.0%。
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

试样首先经磁选法分离非磁性矿物，在电磁搅拌条件下，用三氯化铁-乙酸钠溶液选择溶解金属铁，过滤分离后，滤液用重铬酸钾标准溶液滴定，计算金属铁的百分含量。

其他还原态物质及高价锰等氧化态物质，对本法存在干扰。

2 试剂

2.1 三氯化铁溶液（3%）：称取30g三氯化铁（ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ），溶于1000ml水中，混匀（如溶液浑浊，应过滤后使用）。

2.2 三氯化铁-乙酸钠溶液（pH2.2～2.4）：取100ml三氯化铁溶液（2.1）加入3g乙酸钠（ $\text{NaAC} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ），用pH计测定其pH值。如pH值不合要求，再加入乙酸钠或三氯化铁溶液（2.1）予以调整。

2.3 硫磷混合酸：将200ml硫酸（ ρ 1.84g/ml）在搅拌下，缓慢注入500ml水中，再加入300ml磷酸（ ρ 1.70g/ml），混匀。

2.4 乙醇。

2.5 二苯胺磺酸钠溶液（0.2%）。

2.6 重铬酸钾标准溶液（0.004167mol/l）：称取1.2258g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。

2.7 硫酸亚铁铵溶液（约0.025mol/l）：称取9.85g硫酸亚铁铵〔 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 〕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。

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

国家标准局1986 08-19发布

1987 08-01实施

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

金属铁量, %	试样量, g
>0.3~0.8	1.000
>0.8~2.0	0.5000

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 将试样（4.2）置于干燥的150ml锥形瓶中，每次加入15~20ml乙醇（2.4），仔细摇匀，用场强1000Oe扁形磁铁外磁选4~5次，慢慢倾出非磁性矿物及乙醇（尽量倒净乙醇）。然后加入30ml三氯化铁-乙酸钠溶液（2.2），盖上瓶塞，电磁搅拌20min。用滤纸（应加入适量纸浆）或酸洗石棉（预先应于900℃灼烧2h以上）过滤。用水洗涤锥形瓶3~4次，洗残渣6~8次。向滤液中加20ml硫酸混合酸（2.3），流水冷却并静置至黄色退去，加入5滴二苯胺磷酸钠溶液（2.5），用重铬酸钾标准溶液（2.6）滴定至呈稳定紫色。

注：过滤时，可用扁形磁铁块于锥形瓶底部吸住磁性矿物，使其尽量少进入滤纸，倾泻过滤，以加快过滤速度。

4.5.2 向随同试样空白溶液中加入6.00ml硫酸亚铁铵溶液（2.7）、20ml硫酸混合酸（2.3），流水冷却下静置至黄色退去，加入5滴二苯胺磷酸钠溶液（2.5），用重铬酸钾标准溶液（2.6）滴定至呈稳定紫色。记下消耗重铬酸钾标准溶液的毫升数（A），再向溶液中加入6.00ml硫酸亚铁铵溶液（2.7），再以重铬酸钾标准溶液滴定至呈稳定紫色，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 按下式计算金属铁百分含量：

$$M_{Fe}(\%) = \frac{(V - V_0) \times 0.0004655}{m} \times 100 \times K$$

式中：V —— 滴定试样溶液所消耗重铬酸钾标准溶液的体积，ml；

V_0 —— 滴定随同试样空白溶液所消耗重铬酸钾标准溶液的体积，ml；

m —— 试样量，g；

0.0004655 —— 每毫升重铬酸钾标准溶液相当于金属铁的克数；

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。

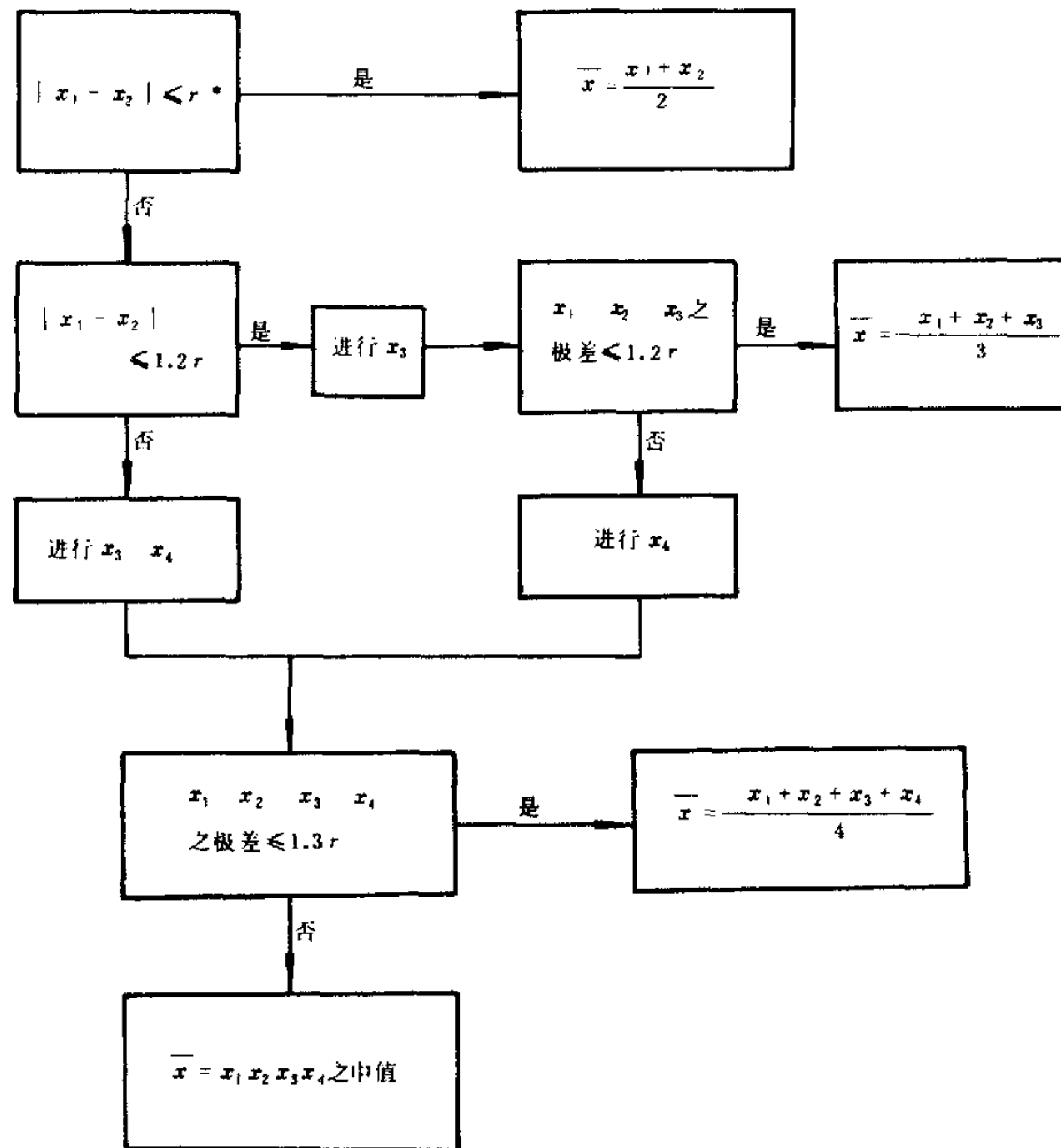
6 允许差

表 2

%

金 属 铁 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
>0.300~0.500	± 0.04	0.05
>0.500~1.000	± 0.07	0.10
>1.000~2.000	± 0.15	0.20

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。

本标准由冶金部长沙矿冶研究院起草。

本标准主要起草人黄宝贵、田海容。

*r 即表 2 中所列允许差。