

中华人民共和国国家标准

锰矿石化学分析方法 氧化钡量的测定

GB/T 14949.3 94

Manganese ores—Determination of barium oxide content

本标准等效采用 ISO 548—1981《锰矿石化学分析方法——硫酸钡重量法测定氧化钡量》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫酸钡重量法测定氧化钡量。

本标准适用于锰矿石中氧化钡量的测定。测定范围：0.1%~10%。

2 方法提要

试样用盐酸、硝酸和硫酸处理，过滤，使钡与锰、铁等大部分共存元素分离。残渣以氢氟酸除硅后，以碳酸钾和碳酸钠混合熔剂熔融。水浸取熔块，过滤。将碳酸钡溶于盐酸后，以硫酸钡形式沉淀钡、过滤、灼烧，直至硫酸钡恒量。

当锶存在时，将硫酸钡转化为碳酸钡，并将碳酸钡溶于盐酸，以铬酸钡形式沉淀钡。过滤，灼烧，直至铬酸钡恒量。

3 试剂

- 3.1 无水碳酸钠。
- 3.2 混合熔剂：无水碳酸钠和无水碳酸钾(1+1)，研细混匀。
- 3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.4 盐酸(1+1)。
- 3.5 盐酸(1+3)。
- 3.6 硫酸(1+1)。
- 3.7 硫酸(1+4)。
- 3.8 硫酸(1+99)。
- 3.9 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.10 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。
- 3.11 过氧化氢溶液(30%)。
- 3.12 乙酸铵溶液(600 g/L)。
- 3.13 乙酸铵溶液(300 g/L)。
- 3.14 乙酸铵溶液(6 g/L)。
- 3.15 硝酸银溶液(2 g/L)。
- 3.16 氨水(1+1)。
- 3.17 碳酸钠溶液(20 g/L)。
- 3.18 甲基橙溶液(1 g/L)。

国家技术监督局 1994-01-18 批准

1994-10-01 实施

3.19 重铬酸铵溶液(50 g/L)。

4 设备

常用实验室设备及

4.1 铂坩埚或瓷坩埚。

4.2 马弗炉;可将温度控制在1 000℃内。

5 试样

试样应通过0.100 mm筛网,并在实验室条件下风干。

6 分析步骤

6.1 试料量

称取0.5~2 g试样(试料含氧化钡量小于或等于1%时,称取2 g;大于1%时,称取1 g;大于或等于10%时,称取0.5 g),精确至0.000 1 g。

与测定同时称取试样,测定湿存水的质量百分数(A)。计算氧化钡结果时,应将所得结果(质量百分数)乘以换算系数(K),即为完全干燥试样中所测定氧化钡的质量百分数。

$$\text{换算系数}(K) = \frac{100}{100 - A}$$

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于300 mL烧杯内,加入15 mL盐酸(3.3),盖上表皿,低温加热溶解20 min后,加入5 mL硝酸(3.9),加热至溶液体积约5 mL,取下,稍冷。加入10 mL硫酸(3.6),加热蒸发至冒白烟,取下,冷却。加入100 mL热水,加热至沸,使可溶盐类溶解,于室温放置2 h。用致密滤纸过滤,用硫酸(3.8)洗涤烧杯、洗涤沉淀及滤纸5~6次,再用热水洗涤2~3次。弃去滤液。

6.3.2 将残渣及滤纸移入铂坩埚内,干燥、灰化,于800℃马弗炉内灼烧,取出坩埚,冷却,用2~3滴水润湿残渣,滴加1~2滴硫酸(3.6),加入约10 mL氢氟酸(3.10),低温加热蒸发至刚冒白烟,取下,冷却。再加入5~6 mL氢氟酸(3.10),继续蒸发至干,然后升温至白烟冒尽。

向铂坩埚内加入4~6 g混合熔剂(3.2),盖上坩埚盖,在900~1 000℃熔融10 min。取出,冷却后,将坩埚置于盛有100 mL热水的500 mL烧杯中,加入2~3 mL过氧化氢溶液(3.11),加热至沸,并保持10~15 min。从烧杯中洗出坩埚及盖子,用热水洗涤干净,再将溶液煮沸,取下,待沉淀沉下后,用致密滤纸过滤,并用热碳酸钠溶液(3.17)洗净沉淀及滤纸至无硫酸根离子[取少量滤液,用盐酸(3.4)酸化后,煮沸至冒大气泡,再滴加10%氯化钡溶液检查],弃去滤液。

用含有少量过氧化氢溶液(3.11)的热盐酸(3.5),溶解沉淀于原烧杯中(漏斗上盖上表皿,以防反应激烈而溅失),用热水洗涤滤纸5~6次。

6.3.3 将溶液稀释至250 mL,加热煮沸5~10 min,加入1~2滴甲基橙溶液(3.18),用氨水(3.16)中和至试液刚变黄色,并立即用盐酸(3.4)调至刚变红色,加入2 mL盐酸(3.3),将溶液加热至沸,在搅拌下向热溶液中慢慢加入10 mL硫酸(3.7),再加热至沸,并保持微沸15~20 min。取下静置12 h以上。

用含有少量纸浆的致密滤纸过滤,用小片滤纸擦净烧杯,并全部转移至滤斗中,用硫酸(3.8)洗涤,直至无氯离子[用硝酸银溶液(3.15)检查]。

6.3.4 当试料中含有不大于0.5 mg铅时,用热乙酸铵溶液(3.12)洗涤沉淀6~8次,然后用热水洗3~4次(当试料中含有大于0.5 mg铅时,则需采取除铅措施)。

6.3.5 将滤纸及沉淀移入已恒量的铂坩埚中,灰化后,于750~800℃灼烧30 min。称量,重复灼烧至恒

量。

如果灼烧的残渣带有颜色,则可用 0.3~0.4 g 无水碳酸钠(3.1)熔融,将熔融物冷却后,溶解于盐酸(3.5)中,再按 6.3.3 重复沉淀硫酸钡的操作。

6.3.6 当矿石中含有铍时,将滤纸及硫酸盐沉淀置于铂坩埚中,干燥、灰化,在 600~700℃灼烧,取出,冷却,然后加入 3 g 无水碳酸钠(3.1),盖上铂坩埚盖,在 900~1 000℃熔融 10 min。取出,冷却后,将坩埚移入盛有 100 mL 热水的 400 mL 烧杯中,加热至沸,并保持 10~15 min。浸出熔块后,从烧杯中取出坩埚及盖子,并用热水洗涤干净。加热溶液至沉淀凝聚,用慢速滤纸过滤。用热碳酸钠溶液(3.17)洗涤沉淀及滤纸数次,弃去滤液。用 20 mL 盐酸(3.5)将滤纸上的沉淀溶解于烧杯中,并用热水洗涤干净。

加水至体积为 100 mL,然后滴加氨水(3.16)调节溶液的酸度至 pH 约 6.5[用 pH 试纸检测]。加入 10 mL 乙酸铵溶液(3.13),加热溶液至沸,在搅拌下逐滴加入 10 mL 重铬酸铵溶液(3.19),在低温电热板上放置 1 h,使沉淀凝聚。用含有少量滤纸浆的致密滤纸过滤,用小片滤纸擦净烧杯,将沉淀及滤纸全部移入滤斗中。用乙酸铵溶液(3.14)洗涤烧杯和滤纸,直至滤纸的黄色消失。

将沉淀及滤纸放入已恒量的铂坩埚中,干燥、灰化,于 750~800℃灼烧 30 min,重复灼烧至恒量。如残渣带有绿色,则在增加空气接触的条件下,再灼烧沉淀至恒量。

7 结果计算

氧化钡的质量百分数按下式计算:

$$\text{BaO}(\%) = \frac{(m_1 - m_2)f \times 100}{m} \times 100 \times K$$

式中:

m_1 ——灼烧后的硫酸钡(铬酸钡)的质量,g;

m_2 ——空白试验中硫酸钡(铬酸钡)的质量,g;

m ——试料的质量,g;

f (0.657 0 或 0.605 2)——硫酸钡(铬酸钡)换算为氧化钡的系数;

0.657 0——硫酸钡换算为氧化钡的系数;

0.605 2——铬酸钡换算为氧化钡的系数;

K ——在完全干燥试样中氧化钡量的换算系数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

氧化钡量	允许差
0.10~0.30	0.020
>0.30~0.50	0.030
>0.50~1.00	0.060
>1.00~5.00	0.10
>5.00~10.00	0.20
>10.00~20.00	0.30

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由中国有色金属工业总公司矿产地质研究院、冶金工业部长沙矿冶研究院负责起草。

本标准由冶金工业部长沙矿冶研究院起草。

本标准主要起草人吴爱华、黄宝贵、陈自若、曹诗侗。