

冶金工业标准汇编

冶金产品原材料化学分析方法

17

冶金工业标准汇编

第 17 册

冶金产品原材料化学分析方法

冶金工业部情报标准研究总所 编

中国标准出版社

冶金工业标准汇编

第 17 册

冶金产品原材料化学分析方法

冶金工业部情报标准研究总所 编

*

中国标准出版社出版

(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 40¹/₂ 字数 1,235,000

1987年2月第一版 1987年2月第一次印刷

印数 1—5,000

*

书号: 15169·3-367 定价 13.20 元

*

标 目 60—4

出版说明

一、《冶金工业标准汇编》汇集1983年6月30日（本册汇集1983年12月30日）以前批准的现行的冶金工业国家标准和部标准。已经出版和即将出版的计有：

- 第1册 焦化产品及其试验方法
- 第2册 炭素制品及其试验方法
- 第3册 耐火制品及其试验方法
- 第4册 生铁及铁合金
- 第5册 钢铁产品牌号表示方法和钢号及技术条件
- 第6册 钢坯、型钢及其他
- 第7册 钢板及钢带
- 第8册 钢管及铸铁管
- 第9册 钢丝及钢丝绳
- 第10册 精密合金
- 第11册 高温合金
- 第12册 力学性能和工艺性能试验方法
- 第13册 物理性能和无损检验测量方法
- 第14册 金相高倍和低倍检验方法
- 第15册 钢铁及铁合金化学分析方法
- 第16册 有色金属工业产品化学分析方法
- 第17册 冶金产品原材料化学分析方法

除以上17册外，我们将陆续出版有色金属产品标准部分。

二、本汇编包括的标准由于出版年代不同，采用的格式、符号代号、计量单位乃至名词术语不尽相同。这次汇编时，只对原标准文本中技术内容上的错误以及其他方面明显不妥之处做了订正。

目 录

GB 1361—78	铁矿石分析方法总则及一般规定	(1)
GB 1362—78	铁矿石中吸附水量的测定	(3)
GB 1363—78	铁矿石中全铁量的测定	(4)
GB 1364—78	铁矿石中二氧化硅量的测定	(8)
GB 1365—78	铁矿石中三氧化二铝量的测定	(11)
GB 1366—78	铁矿石中氧化钙量的测定	(17)
GB 1367—78	铁矿石中氧化镁量的测定	(22)
GB 1368—78	铁矿石中硫量的测定	(25)
GB 1369—78	铁矿石中磷量的测定	(30)
GB 1370—78	铁矿石中锰量的测定	(38)
GB 1371—78	铁矿石中二氧化钛量的测定	(42)
GB 1372—78	铁矿石中稀土氧化物总量的测定	(47)
GB 1373—78	铁矿石中氟量的测定	(51)
GB 1374—78	铁矿石中氧化钡量的测定	(55)
GB 1375—78	铁矿石中铬量的测定	(58)
GB 1376—78	铁矿石中钒量的测定	(60)
GB 1377—78	铁矿石中锡量的测定	(65)
GB 1378—78	铁矿石中铜量的测定	(70)
GB 1379—78	铁矿石中钴量的测定	(74)
GB 1380—78	铁矿石中镍量的测定	(78)
GB 1381—78	铁矿石中铅量的测定	(82)
GB 1382—78	铁矿石中锌量的测定	(86)
GB 1383—78	铁矿石中砷量的测定	(91)
GB 1384—78	铁矿石中五氧化二钽量的测定	(96)
GB 1467—78	冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定	(99)
GB 1505—79	锰矿石中湿存水量的测定	(101)
GB 1506—79	锰矿石中全锰量的测定	(103)
GB 1507—79	锰矿石中有效氧量的测定	(106)
GB 1508—79	锰矿石中全铁量的测定	(108)
GB 1509—79	锰矿石中二氧化硅量的测定	(112)
GB 1510—79	锰矿石中三氧化二铝量的测定	(114)
GB 1511—79	锰矿石中氧化钙量的测定	(117)
GB 1512—79	锰矿石中氧化镁量的测定	(120)
GB 1513—79	锰矿石中氧化钙、氧化镁量的测定	(123)
GB 1514—79	锰矿石中硫量的测定	(126)
GB 1515—79	锰矿石中磷量的测定	(129)
GB 1516—79	锰矿石中砷量的测定	(131)
GB 1517—79	锰矿石中钴量的测定	(134)
GB 1518—79	锰矿石中镍量的测定	(137)

GB 1519—79	锰矿石中铜量的测定	(140)
GB 1520—79	锰矿石中钴、镍、铜量的测定	(143)
GB 1521—79	锰矿石中铅量的测定	(146)
GB 1522—79	锰矿石中锌量的测定	(148)
GB 1819—79	锡精矿中水分量的测定 (重量法)	(150)
GB 1820—79	锡精矿中锡量的测定 (铍载—过氧化钠熔融碘量法)	(152)
GB 1821—79	锡精矿中铁量的测定 (重铬酸盐容量法)	(155)
GB 1822—79	锡精矿中铜量的测定 (双环己酮乙二酰二胺吸光光度法)	(157)
GB 1823—79	锡精矿中铅量的测定	(159)
GB 1824—79	锡精矿中砷量的测定	(162)
GB 1825—79	锡精矿中铋量的测定 (孔雀绿吸光光度法)	(166)
GB 1826—79	锡精矿中铋量的测定 (二硫代二安替比林甲烷吸光光度法)	(168)
GB 1827—79	锡精矿中铋量的测定 (极谱法)	(170)
GB 1828—79	锡精矿中三氧化钨量的测定 (硫氰酸盐吸光光度法)	(172)
GB 1829—79	锡精矿中硫量的测定 (燃烧—碘量法)	(174)
GB 1830—79	锡精矿中三氧化二铝量的测定 (铬天青S 吸光光度法)	(176)
GB 1831—79	锡精矿中二氧化硅量的测定 (硅钼蓝吸光光度法)	(179)
GB 1832—79	锡精矿中氧化镁量的测定 (二甲苯胺蓝II 吸光光度法)	(181)
GB 1833—79	锡精矿中氧化钙量的测定 (EDTA 容量法)	(184)
GB 2125—80	磷钇矿精矿中氧化钇的测定 (萃取色层分离—EDTA 容量法)	(186)
GB 2126—80	磷钇矿精矿中二氧化锆的测定 (EDTA 容量法)	(190)
GB 2127—80	磷钇矿精矿中二氧化钛的测定 (二安替比林甲烷吸光光度法)	(192)
GB 2128—80	磷钇矿精矿中二氧化硅的测定 (硅钼蓝差视吸光光度法)	(194)
GB 2591.1—81	氟碳铈镧矿精矿中铁量的测定 (重铬酸钾容量法)	(196)
GB 2591.2—81	氟碳铈镧矿精矿中铈量的测定 (氯代磺酚S 比色法)	(198)
GB 2591.3—81	氟碳铈镧矿精矿中二氧化硅量的测定 (硅钼蓝比色法)	(200)
GB 2591.4—81	氟碳铈镧矿精矿中氧化钙量的测定 (EGTA 容量法)	(202)
GB 2591.5—81	氟碳铈镧矿精矿中二氧化钛量的测定 (偶氮胂III 比色法)	(204)
GB 2591.6—81	氟碳铈镧矿精矿中钡量的测定 (重量法)	(206)
GB 2591.7—81	氟碳铈镧矿精矿中氟量的测定 (硝酸钍容量法)	(208)
GB 2591.8—81	氟碳铈镧矿精矿中五氧化二磷量的测定 (磷钼蓝比色法)	(211)
GB 3257.1—82	铝土矿化学分析方法 EDTA 容量法测定氧化铝量	(213)
GB 3257.2—82	铝土矿化学分析方法 重量—钼蓝光度法测定二氧化硅量	(216)
GB 3257.3—82	铝土矿化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅量	(219)
GB 3257.4—82	铝土矿化学分析方法 重铬酸钾容量法测定三氧化二铁量	(221)
GB 3257.5—82	铝土矿化学分析方法 磺基水杨酸光度法测定三氧化二铁量	(224)
GB 3257.6—82	铝土矿化学分析方法 过氧化氢光度法测定二氧化钛量	(226)
GB 3257.7—82	铝土矿化学分析方法 EDTA 容量法测定氧化钙量	(229)
GB 3257.8—82	铝土矿化学分析方法 二甲苯胺蓝I—溴化十六烷基三甲铵光度法测定氧化镁量	(232)
GB 3257.9—82	铝土矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化钾、氧化钠量	(235)
GB 3257.10—82	铝土矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化锰量	(240)
GB 3257.11—82	铝土矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定三氧化二铬量	(245)
GB 3257.12—82	铝土矿化学分析方法 苯甲酰苯胺萃取光度法测定五氧化二钒量	(251)
GB 3257.13—82	铝土矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定锌量	(254)
GB 3257.14—82	铝土矿化学分析方法 半二甲酚橙光度法测定二氧化锆 (钪) 量	(259)

GB 3257.15—82	铝土矿化学分析方法	偶氮胂Ⅲ—萃取光度法测定稀土氧化物总量	(262)
GB 3257.16—82	铝土矿化学分析方法	罗丹明B萃取光度法测定三氧化二镓量	(265)
GB 3257.17—82	铝土矿化学分析方法	钼蓝光度法测定五氧化二磷量	(270)
GB 3257.18—82	铝土矿化学分析方法	燃烧—碘量法测定硫量	(273)
GB 3257.19—82	铝土矿化学分析方法	非水光度滴定法测定二氧化碳量	(277)
GB 3257.20—82	铝土矿化学分析方法	燃烧—非水滴定法测定总碳量	(281)
GB 3257.21—82	铝土矿化学分析方法	重量法测定灼烧失量	(284)
GB 3258.1—82	铋精矿化学分析方法	EDTA容量法测定铋	(286)
GB 3258.2—82	铋精矿化学分析方法	EDTA容量法测定铅	(288)
GB 3258.3—82	铋精矿化学分析方法	钼蓝光度法测定二氧化硅	(291)
GB 3258.4—82	铋精矿化学分析方法	硫氰酸盐光度法测定三氧化钨	(294)
GB 3258.5—82	铋精矿化学分析方法	硫氰酸盐光度法测定钼	(297)
GB 3258.6—82	铋精矿化学分析方法	EDTA容量法测定铁	(299)
GB 3258.7—82	铋精矿化学分析方法	硫酸钡重量法测定硫	(302)
GB 3258.8—82	铋精矿化学分析方法	碘量法测定砷	(304)
GB 3258.9—82	铋精矿化学分析方法	碘量法测定铜	(307)
GB 3258.10—82	铋精矿化学分析方法	铬天青S光度法测定氧化铝	(309)
GB 3258.11—82	铋精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定银	(312)
GB 3258.12—82	铋精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅、铜	(316)
GB 3286.1—82	石灰石、白云石化学分析方法	EGTA—CyDTA容量法测定氧化钙和氧化镁	(320)
GB 3286.2—82	石灰石、白云石化学分析方法	铬黑T光度法测定氧化镁	(324)
GB 3286.3—82	石灰石、白云石化学分析方法	高氯酸脱水重量法测定二氧化硅	(327)
GB 3286.4—82	石灰石、白云石化学分析方法	钼蓝光度法测定二氧化硅	(329)
GB 3286.5—82	石灰石、白云石化学分析方法	EDTA容量法测定氧化铝	(333)
GB 3286.6—82	石灰石、白云石化学分析方法	铬天青S光度法测定氧化铝	(336)
GB 3286.7—82	石灰石、白云石化学分析方法	高碘酸盐氧化光度法测定锰	(339)
GB 3286.8—82	石灰石、白云石化学分析方法	钼蓝光度法测定磷	(342)
GB 3286.9—82	石灰石、白云石化学分析方法	烧碱石棉吸收重量法测定二氧化碳	(345)
GB 3286.10—82	石灰石、白云石化学分析方法	灼烧减量的测定	(351)
GB 3286.11—82	石灰石、白云石化学分析方法	原子吸收分光光度法测定镁、铁	(353)
GB 3286.12—82	石灰石、白云石化学分析方法	三氯化钛—重铬酸钾容量法测定铁	(358)
GB 3824—83	磷钇矿精矿化学分析方法	5-Br-PADAP光度法测定铈和钍试剂光度法测定钍	(361)
GB 3884.1—83	铜精矿化学分析方法	碘量法测定铜量	(364)
GB 3884.2—83	铜精矿化学分析方法	干湿试金法测定金量和银量	(367)
GB 3884.3—83	铜精矿化学分析方法	燃烧—容量法测定硫量	(371)
GB 3884.4—83	铜精矿化学分析方法	重量法测定硫量	(375)
GB 3884.5—83	铜精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定氧化镁量	(378)
GB 3884.6—83	铜精矿化学分析方法	离子选择电极法测定氟量	(383)
GB 3884.7—83	铜精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅量	(386)
GB 3884.8—83	铜精矿化学分析方法	EDTA容量法测定铅量	(391)
GB 3884.9—83	铜精矿化学分析方法	溴酸钾容量法测定砷量	(394)
GB 3884.10—83	铜精矿化学分析方法	二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定砷量	(397)
GB 3884.11—83	铜精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定镉量	(400)
GB 3884.12—83	铜精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定锌量	(405)

GB 3884.13—83	铜精矿化学分析方法	EDTA 容量法测定锌量	(410)
GB 3885.1—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定氧化锂、氧化钠和氧化钾量	(413)
GB 3885.2—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定氧化铷和氧化铯量	(418)
GB 3885.3—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	重量—钼蓝光度法测定二氧化硅量	(423)
GB 3885.4—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	EDTA 容量法测定三氧化二铝量	(426)
GB 3885.5—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	EDTA 容量法测定三氧化二铁量	(429)
GB 3885.6—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁量	(432)
GB 3885.7—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	钼蓝光度法测定五氧化二磷量	(435)
GB 3885.8—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	铬天青S—CTMAB 光度法测定氧化铍量	(438)
GB 3885.9—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定氧化钙、氧化镁量	(441)
GB 3885.10—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	离子选择电极法测定锂云母中氟量	(447)
GB 3885.11—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	过硫酸盐氧化光度法测定一氧化锰量	(450)
GB 3885.12—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法	重量法测定烧失量	(453)
GB 4102.1—83	高钛渣、金红石化学分析方法	硫酸铁铵容量法测定二氧化钛量	(455)
GB 4102.2—83	高钛渣、金红石化学分析方法	重铬酸钾容量法测定全铁量	(458)
GB 4102.3—83	高钛渣、金红石化学分析方法	萃取钼蓝光度法测定磷量	(461)
GB 4102.4—83	高钛渣、金红石化学分析方法	燃烧—库仑法测定碳量	(464)
GB 4102.5—83	高钛渣、金红石化学分析方法	燃烧—碘量法测定硫量	(467)
GB 4102.6—83	高钛渣、金红石化学分析方法	硫酸钡重量法测定硫量	(471)
GB 4102.7—83	高钛渣、金红石化学分析方法	重量法测定二氧化硅量	(474)
GB 4102.8—83	高钛渣、金红石化学分析方法	EDTA 容量法测定氧化铝量	(477)
GB 4102.9—83	高钛渣、金红石化学分析方法	过硫酸盐—亚砷酸盐容量法测定一氧化锰量	(480)
GB 4102.10—83	高钛渣、金红石化学分析方法	二苯基碳酰二肼光度法测定三氧化二铬量	(483)
GB 4102.11—83	高钛渣、金红石化学分析方法	苯甲酰苯胺萃取光度法测定五氧化二钒量	(486)
GB 4102.12—83	高钛渣、金红石化学分析方法	EGTA 和CyDTA 容量法测定氧化钙和氧化镁量	(489)
YB 495—75	铅精矿化学分析方法		(493)
YB 496—75	锌精矿化学分析方法		(503)
YB 602(1)—78	钨精矿中三氧化钨量的测定		(513)
YB 602(2)—78	钨精矿中吸附水量的测定		(518)
YB 602(3)—78	钨精矿中锡量的测定		(519)
YB 602(4)—78	钨精矿中砷量的测定		(523)
YB 602(5)—78	钨精矿中硫量的测定		(526)
YB 602(6)—78	钨精矿中磷量的测定		(528)
YB 602(7)—78	钨精矿中二氧化硅量的测定		(530)
YB 602(8)—78	钨精矿中钼量的测定		(533)
YB 602(9)—78	钨精矿中铜量的测定		(535)
YB 602(10)—78	钨精矿中氧化锰量的测定		(537)

YB 602(11)—78	钨精矿中钙量的测定	(539)
YB 602(12)—78	钨精矿中铈、钽量的测定	(541)
YB 734—70	硫铁精矿分析方法	(544)
YB 735—77	钼精矿分析方法	(552)
YB 743—70	镍精矿分析方法	(563)
YB 745—70	镍铈精矿分析方法	(567)
YB 747—76	铍精矿——绿柱石分析方法	(570)
YB 749—70	朱砂分析方法	(576)
YB 825—75	钴硫精矿化学分析方法	(579)
YB 874—76	钽铁、铈铁精矿化学分析方法	(591)
YB 875—76	褐钨铈矿精矿化学分析方法	(600)
YB 876—76	锆英石精矿化学分析方法	(607)
YB 877—76	独居石精矿化学分析方法	(612)
YB 878—76	钛铁矿(砂矿)精矿化学分析方法	(618)
YB 879—76	铬矿石化学分析方法	(625)

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 1361-78

铁矿石分析方法总则及一般规定

一、总 则

1. 本标准对铁矿石及其人造富矿中各成分的仲裁分析和标样制做及验证其他分析方法时必须采用的方法。

2. 同一元素所列之不同方法：列 I 法、II 法者，I 法为仲裁法；甲法、乙法并列者按仲裁范围执行。

3. 分析结果的确定：

(1) 试样必须进行二次以上独立分析，每次须带标准试样同时进行分析。标准试样的分析结果与标准值在允许差绝对值范围内时，试样的分析结果就保留，否则应重新分析。

(2) 被保留的二次以上分析结果之极差如在允许差绝对值二倍范围内时（即 $\pm$ 若干），则以其算术平均值为最后结果。若有个别数据超出所列允许差绝对值二倍者，可视其分布情况，同时认为所得数据已足够确定分析结果时，可权宜弃去，不参加平均；否则应补做若干数据或重做。

(3) 本标准中规定的允许差仅为判断与保证分析结果之准确性而设。

4. 在判定分析结果之准确与否时，将原分析结果与仲裁结果相比较，如不超出允许差的绝对值时，则认为原分析结果无误，而以仲裁结果为准。

5. 分析结果小数点后的位数应与允许差取齐。

6. 数字修约方法：按“四舍六入五单双法”。

二、一 般 规 定

7. 试样

(1) 除特殊规定者外，分析试样一律采取干样。试样粒度需通过150~200目筛。分析试样应置于称量瓶中在105~110℃温度下烘干2小时，于干燥器中保存。

(2) 吸湿性强的试样，应采用减量法称样。

(3) 含有机物、碳化物及硫化物较高的试样，一般应在熔融分解前将所称取的试样于800℃灼烧1小时。

8. 试剂

(1) 本标准所用试剂不得低于分析纯。做基准者应采用基准试剂。分光光度及极谱测定法中配制标准溶液所用试剂一般要求纯度在99.9%以上。

(2) 除特殊注明者外，试剂溶液均为水溶液。

使用固体试剂配制的溶液百分浓度，是表示100毫升溶液中所含溶质的克数。

分析方法中所使用的酸等，如未注明浓度则均为浓溶液。

(3) 配制的液态试剂的浓度一般均以体积比表示，如(1:1)，前者系试剂浓溶液量，后者为溶剂量。

(4) 标准溶液应在分析试样时配制或重新标定。

标定容量法中所用标准溶液时，除已特殊规定者外，应取三份同时标定，若其滴定毫升数极差不

超过0.03毫升，可取其平均值，否则应重取三份再标定。

用基准试剂直接配制的标准溶液，配制和使用时的温度应基本一致。

分光光度法和极谱法测定中使用的标准溶液，应在使用时用浓溶液稀释配制。

9. 试剂空白：分析时必须做全部操作的试剂空白，对测定结果进行校正。

10. 所有分析操作过程用水，均用蒸馏水或去离子水。

温水或温溶液的温度是指40~50℃，热水或热溶液的温度是指70~80℃。

11. 分光光度计、天平、砝码、容量器具等，应经常校正并保持其准确度。

12. 灼烧物恒重时均应在干燥器中冷至室温，前后两次冷却时间应力求一致，两次称量之差应小于或等于0.3毫克。

13. 干过滤：是指将溶液用干滤纸、干燥的漏斗过滤于干燥的容器中。最初滤液应弃去。

14. 分析步骤中熔融及盛溶液的烧杯加热时，除特殊说明者外，均应加盖或表皿。

15. 仲裁的分析试样，在发出仲裁报告后，应保存六个月。

注：自本标准实施之日起，原部标准YB 806~807—55铁矿石部分作废。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 1362—78

铁矿石中吸附水量的测定

总则及一般规定同GB 1361—78。

1. 方法提要

用二份1000克，粒度20毫米以下的试样，于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘至恒重的方法测定吸附水量。

2. 仪器和工具

天平：称量2000克，感量0.5克。

烘箱：附温度自动控制器。

盛样盘：铝盘或白铁盘（ $25 \times 25 \times 2$ 厘米）。

混样板：白铁板或玻璃板（约 100×100 厘米）。

混样铲：铝制或白铁板制。

试样筒：白铁制，有盖，可盛试样5公斤。

干燥箱：金属板制（ $25 \times 25 \times 40$ 厘米），内盛硅胶防潮，可供2~4盘试样冷却用。

3. 分析步骤

将供分析吸附水用的粒度20毫米以下的试样，立即由试样筒中移至混样板上，用混样铲迅速混匀。称取1000.0克试样二份，分别置于干燥的已称重的盛样盘中，将试样铺平，放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱中烘2小时，取出，置干燥箱中冷至室温立即称量。然后，再次放入烘箱中，每烘半小时取出，放冷，称量1次。直至恒重（两次称量之差不大于0.5克）。

计算：

$$\text{吸附水 (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

式中： W_1 ——试样及盛样盘烘前重，克；

W_2 ——试样及盛样盘烘后重，克；

W ——试样重，克。

注：以二份试样测得结果的算术平均值计算测定结果，准确至小数点后一位数字。

注：自本标准实施之日起，原部标准YB 806~807—55铁矿石部分作废。

国 家 标 准 计 量 局 发 布

中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出

1979年1月1日 实施

包头钢铁公司 起草

大连商检局

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 1363—78

铁矿石中全铁量的测定

总则及一般规定同GB 1361—78。

氯化亚锡—氯化汞—重铬酸钾容量法〔I(甲)法〕

1. 方法提要

试样用盐酸分解,过滤,滤液作为主液保存;残渣以氢氟酸除硅、焦硫酸钾熔融,盐酸浸取,用氨水使铁沉淀,过滤,沉淀用盐酸溶解与主液合并。用氯化亚锡还原,再用氯化汞氧化过剩的氯化亚锡,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定。借此测定全铁。

方法适用范围:全铁量20%以上。

2. 试剂

盐酸(比重1.19): (1:1)、(1:2)、(1:10)。

氯化亚锡(6%): 称取6克氯化亚锡溶于20毫升热盐酸中,用水稀释至100毫升。

硫磷混酸: 将150毫升硫酸在搅拌下缓慢注入700毫升水中,再加150毫升磷酸。

二苯胺磺酸钠(0.2%)。

氯化汞饱和溶液。

高锰酸钾(4%)。

无水碳酸钠。

过氧化钠。

氨水(比重0.9): (5:95)。

氢氟酸(40%)。

焦硫酸钾。

过氧化氢(30%)。

甲基橙(0.1%)。

硫酸亚铁铵(约0.05N): 称取19.7克硫酸亚铁铵〔 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 〕溶于硫酸(5:95)中,移入1000毫升容量瓶中,用硫酸(5:95)稀释至刻度,摇匀。

重铬酸钾标准溶液(0.05N): 称取2.4515克预先在150℃烘干1小时的重铬酸钾(基准试剂)溶于水,移入1000毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。或用当量试剂直接配制。

3. 分析步骤

称取0.2000克试样置于400毫升烧杯中,加入30毫升盐酸,低温加热^①分解,待溶液体积至10~15毫升时取下,加温水至溶液量约40毫升,用中速滤纸过滤,用擦棒擦净杯壁,并用热水洗烧杯3~4次、残渣4~6次,将滤液和洗液收集于500毫升烧杯中,作为主液保存。

将滤纸连同残渣^②置于铂坩埚中,灰化,在800℃左右灼烧20分钟,冷却,加水润湿残渣,加4滴硫酸(1:1)、5毫升氢氟酸,低温加热,蒸发至三氧化硫白烟冒尽,取下。加3克焦硫酸钾,在

国 家 标 准 计 量 局 发 布

中华人民共和国冶金工业部 提出

1979年1月1日 实施

包头钢铁公司

本溪钢铁公司 起草

鞍山钢铁公司

650℃左右熔融约5分钟,冷却,置于400毫升烧杯中,加50毫升盐酸(1:10)缓慢加热浸取,熔融物溶解后,用温水洗出铂坩埚^③加热至沸,加2滴甲基橙(0.1%),用氨水慢慢中和至指示剂变黄色,过量5毫升,加热至沸,取下。待沉淀下降后,用快速滤纸过滤,用热水洗至无铂离子^④,用热盐酸(1:2)将沉淀溶解于原烧杯中,并洗至无黄色,再用热水洗3~4次,将此溶液与主液合并^⑤。低温加热浓缩至约30毫升,趁热用少量水冲洗杯壁,立即在搅拌下滴加氯化亚锡至黄色消失,并过量1~2滴,流水冷却至室温,加入5毫升氯化汞饱和溶液,摇匀,静置3分钟,加150~200毫升水,加30毫升硫磷混酸、5滴二苯胺磺酸钠(0.2%),立即以重铬酸钾标准溶液滴至呈稳定紫色。

空白测定:按分析步骤同样操作,但在加硫磷混酸之前,加入6.00毫升硫酸亚铁铵(约0.05N)。滴定后记下消耗重铬酸钾标准溶液的毫升数(A),再向溶液中加入6.00毫升硫酸亚铁铵,再以重铬酸钾标准溶液滴定呈稳定紫色,记下定滴定的毫升数(B),则 $V_0 = A - B$ 即为试剂空白。

计算:

$$\text{全铁}(\%) = \frac{(V - V_0) \cdot N \times 0.05585}{W} \times 100$$

式中:V——试样消耗重铬酸钾标准溶液的毫升数;

V_0 ——试剂空白消耗重铬酸钾标准溶液的毫升数;

N——重铬酸钾标准溶液的当量浓度;

W——试样重,克;

0.05585——1毫升1.0当量的重铬酸钾标准溶液相当于铁的克数。

注:① 分解试样的温度应控制在105℃以下。

② 亦可将残渣置刚玉坩埚中,灰化,在800℃灼烧20分钟,冷却,加2克过氧化钠、1克无水碳酸钠,混匀后在800℃熔融10~15分钟,冷却,用约50毫升盐酸(1:2)分次将熔融物溶洗入主液中,再用热水洗净坩埚,低温加热浓缩体积至约30毫升,以下同分析步骤。

③ 试样含铜大于0.08%时,先将主液加10毫升盐酸、5毫升过氧化氢,煮沸5分钟,取下,将残渣浸取液与主液合并,加热至沸,用氨水慢慢中和至生成氢氧化铁沉淀,过量10毫升,煮沸取下,待沉淀下降后,用快速滤纸过滤,用热氨水(5:95)洗8~10次。以下同分析步骤。

④ 收集洗涤8次后的洗液约10毫升,加1毫升盐酸(1:1)、10滴氯化亚锡,若溶液无色,即表明无铂离子。

⑤ 试液中含钒0.15~2.0毫克时,将溶液低温加热浓缩至约10毫升,用氯化亚锡还原至无色,再滴加高锰酸钾(4%)至溶液变黄,并过量10滴,加40毫升水、1毫升硫酸,煮沸2分钟,趁热用少量水冲洗杯壁,立即在搅拌下滴加氯化亚锡至黄色消失,并过量1~2滴,以下同分析步骤。

4. 允许差

全 铁 量, %	允 许 差, %
<50.00	0.20
>50.00	0.30

三氯化钛-重铬酸钾容量法〔Ⅱ法〕

1. 方法提要

试样用盐酸加氯化亚锡分解,过滤,滤液作为主液保存;残渣以氢氟酸处理,焦硫酸钾熔融,酸浸取后合并入主液。以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将高价铁还原成低价至生成“钨蓝”,再用重铬酸钾氧化至蓝色消失,加入硫磷混酸,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定。借此测定全铁。

方法适用范围:全铁量20%以上。

2. 试剂

盐酸(比重1.19): (1:1)、(1:9)、(1:99)。

氯化亚锡(6%): 称取6克氯化亚锡溶于20毫升热盐酸中, 用水稀释至100毫升。

氢氟酸(40%)。

焦硫酸钾。

硫磷混酸: 将200毫升硫酸在搅拌下缓慢注入500毫升水中, 再加300毫升磷酸。

钨酸钠(25%): 称取25克钨酸钠溶于适量水中(若浑浊需过滤), 加5毫升磷酸, 用水稀释至100毫升。

三氯化钛(1:19): 取三氯化钛溶液(15~20%)用盐酸(1:9)稀释20倍, 加一层液体石蜡保护。

二苯胺磺酸钠(0.2%)。

重铬酸钾标准溶液(0.05N): 称取2.4515克预先在150℃烘干1小时的重铬酸钾(基准试剂)溶于水, 移入1000毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。或用当量试剂直接配制。

硫酸亚铁铵(约0.05N): 称取19.7克硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于硫酸(5:95)中, 移入1000毫升容量瓶中, 用硫酸(5:95)稀释至刻度, 摇匀。

高锰酸钾(0.4%)。

3. 分析步骤

称取0.2000克试样置于250毫升烧杯中, 加20毫升盐酸, 低温加热10~20分钟, 滴加氯化亚锡(6%)至浅黄色^①, 继续加热10~20分钟(体积约为10毫升左右)^②, 取下, 加20毫升温水, 用中速滤纸(加少许纸浆)过滤, 滤液收集于400毫升烧杯中, 用擦棒擦净杯壁, 用热盐酸(1:99)洗烧杯2~3次、残渣7~8次, 再用热水洗残渣6~7次, 滤液作为主液保存。

残渣连同滤纸移入铂坩埚中, 灰化, 在800℃左右灼烧20分钟, 冷却, 加水润湿残渣, 加4滴硫酸(1:1), 加5毫升氢氟酸, 低温加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽, 取下。加2克焦硫酸钾, 在650℃左右熔融约5分钟, 冷却, 将坩埚放入原250毫升烧杯中, 加50毫升盐酸(1:9), 加热浸取熔融物, 溶解后, 用水洗出坩埚, 合并入主液。

调整溶液至150~200毫升^③, 加15滴钨酸钠(25%), 用三氯化钛(1:19)滴至蓝色, 再滴加重铬酸钾标准溶液至无色(不计读数), 立即加10毫升硫磷混酸, 5滴二苯胺磺酸钠(0.2%), 用重铬酸钾标准溶液滴至呈稳定的紫色。

空白测定: 按分析步骤同样操作, 但在加硫磷混酸之前, 加入6.00毫升硫酸亚铁铵(约0.05N)。滴定后记下消耗重铬酸钾标准溶液的毫升数(A), 再向溶液中加入6.00毫升硫酸亚铁铵, 再以重铬酸钾标准溶液滴定呈稳定紫色, 记下滴定的毫升数(B), 则 $V_0 = A - B$, 即为试剂空白。

计算:

$$\text{全铁}(\%) = \frac{(V - V_0) \cdot N \times 0.05585}{W} \times 100$$

式中: V ——试样消耗重铬酸钾标准溶液的毫升数;

V_0 ——空白消耗重铬酸钾标准溶液的毫升数;

N ——重铬酸钾标准溶液的当量浓度;

W ——试样重, 克;

0.05585——1毫升1.0当量重铬酸钾标准溶液相当于铁的克数。

注: ① 加入氯化亚锡可帮助试样分解(如需分离则不加氯化亚锡)。

氯化亚锡如过量, 应滴加少量高锰酸钾(0.4%)至溶液呈浅黄色。

② 溶样时如酸挥发太多, 应适当补加盐酸, 使最后滴定溶液中盐酸量不少于10毫升。

③ 氧化、还原和滴定时溶液温度控制在20~40℃较好。当铜高、温度高时, 由于铜离子的催化作用, “钨蓝”颜

色容易退色(退色完,立即用重铬酸钾滴定,对测定结果没有影响)。

当试样含铜大于0.5%时,于试液中加5毫升过氧化氢(30%),煮沸5分钟,用氨水中和至沉淀产生,过量10毫升,煮沸,待沉淀下降,用快速滤纸过滤,用热氨水(5:95)洗沉淀8~9次。沉淀用20毫升盐酸(1:1)溶解,用热盐酸(1:99)洗至滤纸无色。溶液煮沸,用氯化亚锡(6%)还原至浅黄色,以下同分析步骤。

- ④ 试样含钒大于0.2%时,应加2~3滴高锰酸钾(0.4%),再小心滴加三氯化钛还原至浅蓝色,立即滴加重铬酸钾标准溶液至无色,以下同分析步骤。

4. 允许差

全 铁 量, %	允 许 差, %
<50.00	0.20
>50.00	0.30

注:自本标准实施之日起,原部标准YB 806~807—55铁矿石部分作废。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 1364—78

铁矿石中二氧化硅量的测定

总则及一般规定同GB 1361—78。

硅钼蓝分光光度法〔I（甲）法〕

1. 方法提要

试样用碳酸钠—硼酸混合熔剂熔融，以稀盐酸浸取。在0.20~0.25N的酸度下，使硅酸与钼酸铵生成黄色硅钼酸。然后加入草硫混酸消除磷的干扰，用硫酸亚铁铵将硅钼黄还原成硅钼蓝。在波长680毫微米处（最大吸收波长为810毫微米），克分子吸光系数为 8.5×10^3 ，0~140微克二氧化硅/50毫升符合比尔定律。借此测定二氧化硅。

方法适用范围：二氧化硅量0.2~3%。

2. 试剂

混合熔剂（2:1）：取二份无水碳酸钠与一份硼酸研细混匀。

草硫混酸：将3克草酸溶于100毫升硫酸（1:9）中，搅拌溶解。

盐酸（1:6）。

钼酸铵（5%）：称取5克钼酸铵，用热水溶解，用水稀释至100毫升，过滤后使用。

硫酸亚铁铵（5%）：称取5克硫酸亚铁铵，加1毫升硫酸（1:1），用水稀释至100毫升，搅拌溶解，过滤后使用（一周内有效）。

二氧化硅标准溶液：称取0.2000克预先在1000℃灼烧1小时的二氧化硅（99.9%以上）置于铂坩埚中，加2.5克混合熔剂混匀，于950℃左右熔融约20分钟，冷却，在塑料烧杯中用沸水浸取，用水洗出坩埚，冷至室温，移入500毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，立即移入塑料瓶中保存。此溶液1毫升含400.0微克二氧化硅。

取上述溶液25.0毫升，置于500毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，立即移入塑料瓶中保存。此溶液1毫升含20.0微克二氧化硅。

3. 分析步骤

称取试样0.2000克（二氧化硅含量低于1%时称0.2500克）置于铂坩埚中，加2.5克混合熔剂（留少许覆盖表面），混匀，于950℃左右熔融15~30分钟，取出，摇动坩埚，冷却，将坩埚置于预先盛有100毫升热盐酸（1:6）的烧杯中^①，在搅拌下，加热浸取熔融物至溶液清亮，用水洗出坩埚，冷至室温，移入250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀^②。

分取上述溶液5.0毫升^③置于50毫升容量瓶中，加5毫升空白溶液^④，加10毫升水，加5毫升钼酸铵（5%），放置10~15分钟（室温低于20℃时放置20~30分钟）。加15毫升草硫混酸，摇匀，隔30秒后，立即加5毫升硫酸亚铁铵（5%），摇匀（从加草硫混酸起至开始加硫酸亚铁铵止不超过40秒），用水稀释至刻度，摇匀。放置10分钟，在分光光度计上，波长680毫微米处，用2厘米比色皿^⑤，以试剂空白为参比，测其吸光度。从标准曲线上求得相应的二氧化硅量并计算百分含量。

试剂空白：取10毫升空白溶液，其余同分析步骤。

国 家 标 准 计 量 局 发 布

中华人民共和国冶金工业部 提出

1979年1月1日 实施
包头钢铁公司
重庆钢铁公司 起草
四川大学化学系