

冶金产品试验方法 标准汇编

15 上

矿石及原材料 化学分析方法
辅助材料

YEJINCHANPIN
SHIYANFANGFA
BIAOZHUNHUIBIAN

1987

出版说明

为了满足当前冶金产品生产及使用的迫切需要，促进冶金产品质量的提高，我们现将一九八三年六月至一九八六年七月发布的现行冶金产品试验方法国家标准和部标准汇编成册（一九八三年五月以前颁布的冶金产品试验方法标准已由中国标准出版社出版、新华书店发行），各分册的主要内容如下：

冶金产品试验方法标准汇编（力学、工艺性能试验方法分册）；

冶金产品试验方法标准汇编（金相热处理、耐腐蚀性能检验方法分册）；

冶金产品试验方法标准汇编（物理性能试验及无损检验方法分册）；

钢铁及合金和铁合金分析方法标准汇编；

矿石及冶金原材料和辅助材料分析方法标准汇编。

在汇编过程中，对原单行本的错误做了修改。标准中引用的标准凡已被取代的，除个别标准外，一般都按现行标准执行。汇编本如有与国家标准局的正式版本不相一致之处，以正式版本为准。

冶金工业部情报标准研究总所

一九八六年七月

目 录

一、冶金产品化学分析方法 标准的总则及一般规定

- GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定…………… (1)

二、冶金分析化学实验室 安全技术标准

- GB 2595—81 冶金分析化学实验室安全技术标准…………… (6)

三、铁矿石化学分析方法

- GB 6730·1—86 铁矿石化学分析方法
分析用预干燥试样的制备…………… (17)
- GB 6730·2—86 铁矿石化学分析方法
重量法测定水分含量…………… (21)
- 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…………… (24)
- GB 6730·4—86 铁矿石化学分析方法
氯化亚锡—氯化汞—重铬酸钾容量法
测定全铁量…………… (32)
- GB 6730·5—86 铁矿石化学分析方法
三氯化钛—重铬酸钾容量法测定全铁
量…………… (40)
- GB 6730·6—86 铁矿石化学分析方法

	三氯化铁—醋酸钠容量法测定金属 铁量.....	(48)
GB 6730·7—86	铁矿石化学分析方法 磺基水杨酸光度法测定金属铁量.....	(55)
GB 6730·8—86	铁矿石化学分析方法 重铬酸钾容量法测定亚铁量.....	(62)
GB 6730·9—86	铁矿石化学分析方法 硅钼蓝光度法测定硅量.....	(69)
GB 6730·10—86	铁矿石化学分析方法 重量法测定硅量.....	(76)
GB 6730·11—86	铁矿石化学分析方法 氟盐取代络合容量法测定铝量.....	(83)
GB 6730·12—86	铁矿石化学分析方法 铬天青S光度法测定铝量.....	(94)
GB 6730·13—86	铁矿石化学分析方法 高锰酸钾容量法测定钙量.....	(103)
GB 6730·14—86	铁矿石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙和镁量.....	(113)
GB 6730·15—86	铁矿石化学分析方法 络合滴定法测定镁量.....	(126)
GB 7630·16—86	铁矿石化学分析方法 硫酸钡重量法测定硫量.....	(136)
GB 6730·17—86	铁矿石化学分析方法 燃烧碘量法测定硫量.....	(144)
GB 6730·18—86	铁矿石化学分析方法 乙酸丁酯萃取—钼蓝光度法测定磷 量.....	(153)
GB 6730·19—86	铁矿石化学分析方法	

	铋磷钼蓝光度法测定磷量.....	(163)
GB 6730·20—86	铁矿石化学分析方法 容量法测定量.....	(172)
GB 6730·21—86	铁矿石化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量.....	(183)
GB 6730·22—86	铁矿石化学分析方法 二安替吡啉甲烷光度法测定钛量.....	(192)
GB 6730·23—86	铁矿石化学分析方法 硫酸铁铵容量法测定钛量.....	(200)
GB 6730·24—86	铁矿石化学分析方法 偶氮胂Ⅲ光度法测定稀土总量.....	(210)
GB 6730·25—86	铁矿石化学分析方法 重量法测定稀土总量.....	(219)
GB 6730·26—86	铁矿石化学分析方法 硝酸钍容量法测定氟量.....	(227)
GB 6730·27—86	铁矿石化学分析方法 镧—茜素络合脞光度法测定氟量.....	(234)
GB 6730·28—86	铁矿石化学分析方法 离子选择电极法测定氟量.....	(242)
GB 6730·29—86	铁矿石化学分析方法 硫酸钡重量法测定钡量.....	(251)
GB 6730·30—86	铁矿石化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量.....	(260)
GB 6730·31—86	铁矿石化学分析方法 N—苯甲酰苯胺萃取光度法测定钒 量.....	(268)
GB 6730·32—86	铁矿石化学分析方法 硫酸亚铁容量法测定钒量.....	(276)

- GB 6730·33—86 铁矿石化学分析方法
示波极谱法测定锡量……………(285)
- GB 6730·34—86 铁矿石化学分析方法
邻苯二酚紫—溴化十六烷基三甲胺光度
法测定锡量……………(293)
- GB 6730·35—86 铁矿石化学分析方法
双环己酮草酰二脒光度法测定铜量……………(303)
- GB 6730·36—86 铁矿石化学分析方法
原子吸收分光光度法测定铜量……………(312)
- GB 6730·37—86 铁矿石化学分析方法
4-[(5-氯-2-吡啶)偶氮]-1,3-
二氨基苯光度法测定钴量……………(321)
- GB 6730·38—86 铁矿石化学分析方法
亚硝基-R盐光度法测定钴量……………(329)
- GB 6730·39—86 铁矿石化学分析方法
丁二酮肟光度法测定镍量……………(327)
- GB 6730·40—86 铁矿石化学分析方法
极谱法测定镍量……………(344)
- GB 6730·41—86 铁矿石化学分析方法
示波极谱法测定铅量……………(351)
- GB 6730·42—86 铁矿石化学分析方法
双硫脲光度法测定铅量……………(359)
- GB 6730·43—86 铁矿石化学分析方法
示波极谱法测定锌量……………(367)
- GB 6730·44—86 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……………(375)
- GB 6730·45—86 铁矿石化学分析方法

	二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定砷量.....	(384)
GB 6730·46—86	铁矿石化学分析方法 萃取分离—砷钼蓝光度法测定砷量.....	(393)
GB 6730·47—86	铁矿石化学分析方法 氯代磺酚S 光度法测定铌量.....	(400)
GB 6730·48—86	铁矿石化学分析方法 二硫代二安替吡啉甲烷光度法测定铋量.....	(407)
GB 6730·49—86	铁矿石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钠和钾量.....	(414)
GB 6730·50—86	铁矿石化学分析方法 气体容量法测定总碳量.....	(473)
GB 6730·51—86	铁矿石化学分析方法 烧碱石棉吸收重量法测定碳酸盐中碳量.....	(432)

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

GB 1467—78

冶金产品化学分析方法标准的
总则及一般规定

一、总则

1、本标准适用于冶金产品化学分析方法标准，在制（修）订冶金产品化学分析方法标准时必须遵守本标准。

2、冶金产品化学分析方法标准为仲裁分析或验证其它日常分析方法的准确度时所必须采用者。也是在制作标准样品时所必须采用者之一。

3、冶金产品化学分析方法标准应将产品适当归类后再按元素或分析项目制（修）订，而不按产品种类或其牌号分别制（修）订。例如，钢铁化学分析方法标准应适用于生铁、铸铁、碳素钢、低合金钢和中、高合金钢等尽可能广泛的钢种，而不应按钢种制（修）订其化学分析方法标准。

4、冶金产品化学分析方法标准的测定范围应适当宽于已纳标的冶金产品技术条件要求的规定范围。

5、冶金产品某一种化学组分需要分析方法的数目，应视冶金产品的化学组分及其含量而定，但各分析方法的应用范围及测

国 家 标 准 总 局 发 布 1979年10月1日 实施
中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出 冶 金 工 业 部 情 报 标 准 研 究 所 起 草

定范围必须有明确的区分。当几个分析方法各自达到的测定范围出现重叠部分，在仲裁时由仲裁单位及争议双方据此协商确定所用分析方法标准。

6、冶金产品化学分析方法标准应包括：测定项目名称、测定方法名称、方法提要、试剂与仪器、分析步骤（包括分析结果的计算）、允许差及注等内容。

(1) 方法提要部分除简要叙述主要分析步骤及条件外（必要时，须用平衡反应式说明方法原理），还应说明化学分析方法的应用范围、测定范围以及冶金产品中可能出现的干扰元素的限量及消除干扰的方法。

分析方法测定范围的下限和上限系指用方法中最大称样量和最少称样量能得到准确测定结果的范围。

(2) 试剂与仪器部分，试剂应按纯产品（即未经配制的但不包括溶液）、大约浓度的溶液或悬浮液等非标准溶液、指示剂（包括溶液）、标准溶液顺序排列。试剂名称除指示剂及有机染料外，应按系统命名法写出，然后将俗名写在系统命名后的括号内，在其它部分出现时只写俗名即可。避免用商品名称。

仪器系指特殊仪器，应写明仪器主要性能及技术指标，凡符合要求者均可采用。

7、用冶金产品化学分析方法标准所测量和度量得到的数据，要根据分析工作中所用仪器、容器等实际精密度情况以有效数字表示。如以0.5000克、10.00毫升表示重量和体积等。

做加减法运算时，有效数字的保留以小数点后位数最少的数为准，先弃去过多的位数再计算。做乘法运算时，有效数字的保留以有效数字位数最少的数为准，先弃去过多的位数再计算。

所得分析结果应保留的有效数字的位数以保留一位可疑数为

准。

在应保留的有效数字位数以外的数字按“四舍六入，五单双”修约规则执行〔见冶金工业部（64）冶情标字第6228号文转发国家科委标准局“关于推荐数字修约规则使用说明”的通知〕。

8、冶金产品化学分析方法标准中所载的允许差是对特定的分析方法和被分析项目的特定含量而定的，是化学分析方法的精密度和准确度的衡量标准。允许差以绝对值表示。

用冶金产品化学分析方法标准分析，所报出的分析结果的极差值如不超过相应的允许差，则认为分析结果合格。否则，就叫做超差。当仲裁时，不论原结果如何，皆以仲裁结果为准。

9、冶金产品化学分析方法标准中计量单位和符号一般应采用国际单位制（SI）。详见国家标准计量局办公室印发的《国际单位制及使用方法》。

10、制（修）订冶金产品化学分析方法标准时，应采用最新原子量。

11、用于化学分析的样品的采取与制备须按有关标准或技术规定执行。

二、一般规定

12、所用分析天平除特殊说明者外，其感量应达到0.1毫克。分析天平、砝码及容量器皿特别是塑料容量器皿应定期予以校准。

13、配制试剂及分析用水除特殊说明者外，均为蒸馏水或去离子水。

14、分析方法标准中所有操作除特殊说明者外，均在玻璃器

皿中进行。

15、分析方法标准中所用试剂除注明者外，均为分析纯试剂。如能保证不降低测定准确度，其它纯度级的试剂也可采用。如系由试验室自行提纯和合成者，应写明提纯和合成方法。

作基准者应采用基准试剂，光度法和极谱法配制标准溶液所用的金属纯度应在99.9%以上。

16、分析方法标准中所载溶液除已指明溶剂者外，均系水溶液。

17、分析方法标准中所载的酸、氢氧化铵和过氧化氢等液体试剂，如仅写出名称则为浓溶液，并应在名称后括号内写明其比重。

18、由液体试剂配制的稀的水溶液，除过氧化氢以重量百分数表示外，其它均应以浓溶液的体积加水的体积表示，而不以百分浓度表示，以免与试剂重量百分浓度相混。例如，盐酸(1+2)系指1单位体积的盐酸(比重1.19)加2同单位体积的水混合配制而成。而3%过氧化氢系指100克溶液含3克过氧化氢。

19、由固体试剂配制的非标准溶液以百分浓度表示，系指称取一定量的固体试剂溶于溶剂中，并以同一溶剂稀释至100毫升混匀而成。如固体试剂含结晶水应在配制方法中试剂名称后括号内写出分子式。

20、配制备用的试剂溶液如有特殊要求应予说明。如需贮于棕色瓶中、用时现配等。

21、标准溶液的浓度一般以当量浓度(N)或每毫升相当于多少毫克、微克的元素或化合物表示。

22、需标定的标准溶液应在标准溶液名称及配制方法的下面写出标定方法、标定份数及允许的极差值(超过此值时，不能取

平均值，须重新取同样份数再标定）。

23、分析方法标准中光度法、极谱法所用稀标准溶液，应在用时以浓标准溶液稀释配制而成。

24、易燃、易爆、易灼伤、毒性大的试剂要特别注意安全使用，如氢氟酸、高氯酸、汞、铍、氰化物、苯、甲苯、过氧化氢等。

25、分析方法标准中所载热水或热溶液系指其温度在 60°C 以上，温水或温溶液系指其温度在 $40\sim 60^{\circ}\text{C}$ 。常温系指其温度在 $15\sim 25^{\circ}\text{C}$ 。冷处系指 $1\sim 15^{\circ}\text{C}$ 之处。

26、分析方法标准中所载“干过滤”系指将溶液用干滤纸、干燥漏斗过滤于干燥的容器中。干过滤均应弃去最初滤液。

27、分析方法标准中所载的“灼烧或烘干至恒重”系指经连续两次灼烧或烘干并于干燥器中冷至室温后，两次称重之差不超过0.3毫克。

28、分析方法标准中重量法计算公式中的换算因数，容量法的滴定度或滴定用标准溶液的当量浓度的有效数字一般均用四位。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

GB 2596—81

冶金分析化学实验室
安 全 技 术 标 准

冶金分析化学实验室存在各种不安全因素,如:烧伤、烫伤、割伤、中毒、失火、爆炸以及“三废”对环境的污染等。在加强劳动保护管理,执行劳保条例的同时,为确保实验室安全、保护环境,特制订本标准。

本标准适用于钢铁、有色金属、矿石、铁合金及原材料的化学分析,光谱分析、气体分析、夹杂物分析、相分析及试样加工等实验室。

一、安全技术基本规程

1. 一般守则

1.1 进入实验室工作时必须穿工作服,加工试样的女同志还应戴工作帽,离开实验室即应脱下。工作服应经常保持整洁。禁止穿工作服进入食堂或其它公共场所。在进行任何有可能碰伤、刺激或烧伤眼睛的工作时必须戴防护眼镜。经常接触浓酸、浓碱的工作人员还应戴胶皮手套及工作帽。试样加工操作时不得戴手套。

国 家 标 准 总 局 发 布 1 9 8 2 年 3 月 1 日 实 施
中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出 冶 金 部 钢 铁 研 究 总 院 起 草

1.2 实验室内禁止吸烟及吃东西,不准用试验器皿作茶杯或餐具,并不得用嘴尝味道的方法来鉴别未知物。

1.3 工作完毕后离开实验室时应应用肥皂洗手。

1.4 实验室停止供煤气、供电、供水时应立即将气源、电源及水源开关全部关上,以防恢复供气、供电、供水时由于开关未关而发生事故。离开实验室时应检查门、窗、水、电、煤气及各种压缩气管道是否安全。

1.5 实验室内每瓶试剂必须贴有明显的与内容相符的标签,标明试剂名称及浓度。

1.6 开启易挥发的试剂瓶(如:乙醚、丙酮、浓盐酸、浓氢氧化铵等)时,尤其在夏季或室温较高的情况下,应先经流水冷却后盖上湿布再打开,且不可将瓶口对着自己或他人,以防气液冲出引起事故。

1.7 取下正在加热至近沸的水或溶液时,应先用烧杯夹将其轻轻摇动后才能取下,防止其爆沸,飞溅伤人。

1.8 高温物体(如刚由高温炉中取出的坩埚和磁舟等)要放在耐火石棉板上或磁盘中,附近不得有易燃物。需称量的坩埚待稍冷后方可移至干燥器中冷却。

1.9 带有放射性的样品,其放射强度超过规定时,严禁在一般化学实验室操作。使用放射性物质的工作人员须经过特殊训练,按防护规定配置防护设备。

1.10 实验室的各种精密贵重仪器、机床、设备(包括铂器皿),应有专人负责保管,并制订单独的安全操作规程,未经保管人同意,或未掌握安全操作规程前不得随意动用。

1.11 实验室的室温,除特殊设备有特殊要求外,一般应保持在13~35℃之间,室温过低或过高应采取调温措施,否则对安全

不利（如：易冻裂、易燃、易爆试剂的保存），对仪器的准确度、化学反应的速度、有机溶剂的挥发及萃取率等均有直接影响。

2. 易割伤、有毒、易燃、易爆的物品及电器设备的安全操作规程

2.1 从橡皮塞上装拆玻璃管或折断玻璃管时必须包以毛巾，并着力于靠近橡皮塞或需折断处。

2.2 能产生有害的气体、烟雾或粉尘的操作，必须在良好的通风柜内进行。

2.3 剧毒物品（如：氰化物、砷化物、铍化合物等）应有专人统一保管，发放时按最低量发给并进行登记。

2.4 汞属于积累性毒物，使用时避免溅洒。使用汞的实验室与实验台应备有特殊设施，以便收集偶尔洒出的少量汞。不慎洒出的汞必须及时收集清除（见二、3），以免长期在室内蒸发引起中毒。收集汞的瓶内应经常用水覆盖，防止汞蒸气挥发。

2.5 搬运大瓶（或坛装）酸、碱或腐蚀性液体时应特别小心，注意容器有无裂纹，外包装是否牢固。搬运时最好用手推车。从大容器中分装时应用虹吸管移取，不要将10公斤以上的玻璃容器用手来倾倒。

2.6 浓硫酸与水混合时必须边搅拌边将浓硫酸徐徐注入存有冷水的耐热玻璃器皿中，不得将水倒入浓硫酸中，否则将引起爆炸与烧伤事故。凡在稀释时能放出大量热的酸，碱，稀释时都应按此规定操作。

2.7 氢氟酸烧伤较其它酸碱烧伤更危险，如不及时处理，将使骨骼组织坏死。使用氢氟酸时需特别小心，最好戴医用手套，操作后必须立即洗手，以防止造成意外烧伤。

2.8 实验室内不得存放大量易燃药品（包括废液），如：汽

油、酒精（包括甲醇）、乙醚、苯类、丙酮及其它易燃有机溶剂等。少量易燃药品应放在远离热源的地方，如水槽下，最好放在冰箱内（但必需用密闭容器存入冰箱，以防挥发后与空气形成爆炸性气体混合物。）使用易燃药品时附近不得有明火、电炉及电源开关，更不可用明火或电炉直接加热。

2.9 乙醚在化学分析中常用作萃取剂，试样加工中用作去油溶剂，因其沸点低（ 34.6°C ），极易挥发，闪点低（ -45°C ），极易着火，使用时要特别小心。空气中含1~40%（体积比）的乙醚，遇火即可爆炸。

2.10 进行蒸馏易燃物时，一次量不得超过500毫升，冷凝器中必须先通入冷却水，蒸馏低沸点易燃试剂时不得用电炉直接加热，应用水浴或砂浴间接加热，蒸馏瓶中加入少许玻璃球以防过沸，并随时注意蒸馏是否正常，人离开时要拆去热源。

2.11 操作中玻璃仪器有爆炸或溅洒热的或腐蚀性液体的可能时要使用防护挡板（透明塑料板、厚玻璃或金属等不易破碎的材料制成），戴防护眼镜。第一次试验时要用最小量试剂进行，并小心观察反应过程是否安全。

2.12 热的浓高氯酸是强氧化剂，与有机物或还原剂接触时产生剧烈爆炸，使用时必须注意以下几点：

2.12.1 浓高氯酸（70~72%）应存放在远离有机物及还原物质（如：乙醇、甘油、次磷酸盐等）的地方，以防止高氯酸与有机物或还原物质有接触的可能，使用高氯酸的操作不能戴手套。

2.12.2 高氯酸烟与木材长期接触易引起木材着火或爆炸，因而对经常冒高氯酸烟的木质通风柜应定期用水冲洗（一季度不少于一次）在使用高氯酸的通风柜中不得同时蒸发有机溶剂或灼烧有机物。

2.12.3 破坏试液中的滤纸和有机试剂时，必须先加足够量的浓硝酸加热，使绝大部分滤纸及有机试剂破坏，稍冷后再加入浓硝酸和高氯酸冒烟破坏残余的碳化物，过早加入高氯酸或硝酸量不够，在冒高氯酸烟时即有发生剧烈爆炸的危险。

2.12.4 热的浓高氯酸与某些粉状金属作用时因产生氢可能引起剧烈爆炸，因而溶样时应先用其它酸溶解或同时加入其它酸低温加热直到试样全部溶解，防止高氯酸单独与金属粉末作用。

2.13 使用煤气灯时应先点火，再开煤气，最后调节风门。关闭时应先关风门，再关煤气，无人在室内，禁止使用煤气灯。

2.14 检查煤气管是否漏气应用肥皂水，切不可用火试验。室内有煤气味时应及时打开门窗，在排尽煤气前不得点火或接通电源，以防煤气着火或爆炸。

2.15 原子吸收光度法用乙炔气瓶要放在通风良好，温度不超过35℃的地方，为了防止气体回流，应装上回闪阻止器。如发现乙炔气瓶开始有发热情况，表明乙炔已经自发分解，应立即关闭气门，并用水冷却，最好将气瓶移至户外安全的地方。乙炔导气管不得用纯铜管连接，因乙炔与纯铜作用可产生易爆炸的乙炔铜化合物。

2.16 实验室内不得存放大量碳化钙，因碳化钙遇水即生成乙炔，与空气混合后即有爆炸危险（爆炸极限2.50~80.0%体积比）。

2.17 氢气因密度小，易漏气，且扩散速度很快，易和其它气体混合，因此要检查氢气导管是否漏气，特别是连接处一定要用肥皂水检查。氢气与空气混合后极易爆炸（爆炸极限4.0~74.2%体积比）。

2.18 氧气是强烈的助燃气体。氧气瓶一定要严防与油脂接触。开启气瓶的扳手不得沾有油脂。