

铁矿石化学分析方法  
二苯基碳酰二肼光度法测定铬量

UDC 622.341.1  
:543.06

GB 6730.30-86

Methods for chemical analysis of iron ores  
The diphenyl carbazide photometric method  
for the determination of chromium content

代替GB 1375-78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铬量的测定。测定范围：0.010~0.500%。  
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

试样用碱熔分解，水浸取，干过滤，取部分清液，在硫酸（ $0.1 \pm 0.025 \text{ mol/l}$ ）介质中，六价铬与二苯基碳酰二肼生成可溶性的紫红色络合物。在545nm处测量其吸光度。借此测定铬。

钒对本法有干扰。当钒量小于200 $\mu\text{g}$ 时，可在显色后放置30 min消除干扰；当钒量大于200 $\mu\text{g}$ 或钒比铬大10倍时，须用8-羟基喹啉-三氯甲烷萃取分离。

### 2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 碳酸钠（无水）。

2.3 硫酸（2 mol/l）。

2.4 8-羟基喹啉（0.25%）；乙酸（2 mol/l）溶液。

2.5 三氯甲烷。

2.6 二苯基碳酰二肼乙醇溶液（0.25%）：称取4g邻苯二甲酸酐置于250ml烧杯中，加入100ml无水乙醇，在水浴上温热溶解；再称取0.25g二苯基碳酰二肼溶解于上述溶液中。用时现配（放阴暗处）。

2.7 对硝基酚溶液（0.1%）。

2.8 铬标准溶液

2.8.1 称取5.6578g预先经150℃烘1h的重铬酸钾（基准试剂）于烧杯中，加水溶解，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含2000.0 $\mu\text{g}$ 铬。

2.8.2 移取20.00ml铬标准溶液（2.8.1），置于2000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含20.0 $\mu\text{g}$ 铬。

### 3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 $\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物含量高时，粒度应小于160 $\mu\text{m}$ 。

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

铬 量, %	试 样 量, g
0.010 ~ 0.050	0.5000
>0.050 ~ 0.100	0.2000
>0.100 ~ 0.300	0.2000
>0.300 ~ 0.500	0.2000

**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 试样的分解**

将试样（4.2）置于预先加有0.5g无水碳酸钠（2.2）的20ml刚玉坩埚中，加2g过氧化钠（2.1），混匀，并用少量过氧化钠（2.1）覆盖表面，于700~750℃熔融5~7min，冷却。

**4.5.2 浸取**

将坩埚置于400ml烧杯中，用温水浸取，洗出坩埚。保持溶液体积约200ml，煮沸20~30min，取下冷至室温，移入250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

**4.5.3 试液的分取及处理**

**4.5.3.1** 用中速滤纸干过滤于250ml烧杯中，按表2分取试液。

表2

铬 量, %	分 取 试 液 量, ml
0.010 ~ 0.050	50.00
>0.050 ~ 0.100	50.00
>0.100 ~ 0.300	25.00
>0.300 ~ 0.500	10.00

**4.5.3.2** 将分取试液置于100ml容量瓶中，加1滴对硝基酚溶液（2.7），用硫酸（2.3）中和至黄色退去，过量5.0ml，用水稀释至约80ml，加入3ml二苯基碳酰二肼（2.6），用水稀释至刻度，混匀。

**4.5.3.3** 试样含钒大于200μg或钒比铬大10倍时，按下述操作分离：将分取试液置于125ml分液漏斗中，加1滴对硝基酚溶液（2.7），用硫酸（2.3）调至无色，再过量4~5滴（此时溶液pH约4），加入3滴8-羟基喹啉（2.4），混匀。加入3~5ml三氯甲烷（2.5），振荡1min，分层后，弃去有机