

铁矿石化学分析方法
高碘酸钾光度法测定锰量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.21—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The potassium periodate photometric
method for the determination of manganese content

代替GB 1370—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中锰量的测定。测定范围：0.050~5.00%。
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

试样用盐酸、硝酸分解，加硫酸蒸发除尽盐酸，过滤，滤液作为主液保存，残渣以氢氟酸处理，焦硫酸钾熔融，与主液合并。于硫酸、磷酸介质中，在加热条件下，用高碘酸钾氧化二价锰为紫红色的高锰酸，以亚硝酸钠还原的同一被测溶液为参比，在波长530nm处，测量其吸光度，借此测定锰。

2 试剂

- 2.1 焦硫酸钾。
- 2.2 高碘酸钾。
- 2.3 盐酸 (ρ 1.19g/ml)。
- 2.4 硝酸 (ρ 1.42g/ml)。
- 2.5 氢氟酸 (ρ 1.15g/ml)。
- 2.6 硫酸 (1 + 1)。
- 2.7 硫酸 (1 + 99)。
- 2.8 磷酸 (1 + 1)。

注：磷酸含还原性物质时，需预先处理。取100ml磷酸 (ρ 1.70g/ml)，加5ml硝酸 (2.4)，加热煮沸至平静状态，冷却备用。

- 2.9 亚硝酸钠溶液 (2%)。
- 2.10 脲溶液 (2%)。
- 2.11 锰标准溶液：

2.11.1 称取1.0000g金属锰 (纯度99.9%)，加100ml硫酸 (5 + 95)，稍许加热溶解完全，冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg锰。

注：金属锰预先用硫酸 (1 + 99) 溶去表面氧化物，用水洗净，再以乙醚或无水乙醇洗涤，自然干燥后使用。

2.11.2 移取100.00ml锰标准溶液 (2.11.1)，置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。或称取0.2877g高锰酸钾 (优级纯)，溶于100ml水中，加4~5滴硫酸 (2.6)，混匀。滴加过氧化氢 (30%) 至高锰酸紫色消失，加热煮沸分解过剩之过氧化氢至无小气泡发生，冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100.0 μ g锰。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 μ m，如试样中结合水或易氧化物物质含量高时，其粒度应小于160 μ 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

锰量, %	试样量, g	分取溶液量, ml	比色皿, cm
0.050~0.250	0.2000	全量	3
0.250~0.500	0.1000	全量	3
0.500~2.000	0.2000	50.00	3
2.000~3.000	0.2000	25.00	2
3.000~5.000	0.1000	25.00	2

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250ml烧杯中,加盐酸(2.3),低温加热至无剧烈反应,加5ml硝酸(2.4)继续加热溶解并蒸发至2~3ml,加10ml硫酸(2.6)于低温缓慢蒸发冒三氧化硫白烟至呈湿盐状,以赶尽盐酸。取下冷却后加水约30ml,加热至微沸溶解可溶性盐类,用慢速定量滤纸过滤于250ml烧杯中,用擦棒擦净杯壁,以热硫酸(2.7)洗涤烧杯3~4次,残渣5~7次,滤液作为主液保存。

4.5.2 残渣处理

将残渣(4.5.1)连同滤纸置于铂坩埚中,灰化,在800℃左右灼烧10~20min,冷却,加少许水润湿,加4滴硫酸(2.6)、5ml氢氟酸(2.5),缓慢加热至三氧化硫白烟冒尽。加3g焦硫酸钾(2.1),在650℃左右熔融5~10min,稍冷,将铂坩埚放入已预先加热的主液中,浸取熔融物,用水洗出铂坩埚,加热使盐类溶解。

注:含钨或稀土的试样,应继续加热并浓缩至体积40~50ml,使钨及大部分稀土生成硫酸盐沉淀,放冷,用慢速滤纸过滤,以硫酸(2.7)洗涤。

4.5.3 显色、测量

4.5.3.1 当锰量小于0.500%时,蒸发至体积约为60ml,直接显色。锰量大于0.500%时,将全部溶液移入250ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按表1分取部分溶液置于250ml烧杯中,加10ml硫酸(2.6,试样含二氧化钛量15mg以上时,加20ml)、15ml磷酸(2.8),加水使体积约为80ml。

4.5.3.2 加0.3g高碘酸钾(2.2),加热至微沸后置沸水浴上,加盖保温10min,取下,冷却至室温,移入100ml容量瓶中,加5滴脲溶液(2.10),用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3.3 取以上同一显色溶液两份,按表1分别置于同一规格的比色皿内,其中一个比色皿中事先加入1滴亚硝酸钠溶液(2.9),使高锰酸紫色退去,以此为参比,于分光光度计波长530nm处测量其