

中华人民共和国国家标准

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

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.44-86

代替 GB 1382-78

Methods for chemical analysis of iron ores
The 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol
photometric method for the
determination of zinc content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中锌量的测定。测定范围：0.010~0.050%。
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

试样以盐酸、硝酸、氢氟酸、硫酸分解，过滤；残渣以碱熔融。加氟化钠、氯化铵、氢氧化铵及二乙基二硫代氨基甲酸钠（铜试剂）进行沉淀分离。用甲基异丁基酮-硫氰酸铵萃取锌，使其与大量铁、铜、铝、锰、镍、镉等元素分离。在有机相中加入1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）与锌生成红色络合物，在波长548nm处，测其吸光度，借此测定锌。

2 试剂

本法所用水和各种溶液在制备、贮存及使用时，均不能与橡胶管等橡胶制品接触。

- 2.1 无水碳酸钠。
- 2.2 氯化铵。
- 2.3 盐酸（ ρ 1.19g/ml）。
- 2.4 硝酸（ ρ 1.42g/ml）。
- 2.5 硫酸（1+1）。
- 2.6 硫酸（1mol/l）。
- 2.7 氢氟酸（ ρ 1.15g/ml）。
- 2.8 氢氧化铵（ ρ 0.90g/ml）。
- 2.9 无水乙醇。
- 2.10 甲基异丁基酮。
- 2.11 亚硝酸钠溶液（2%）。
- 2.12 二乙基二硫代氨基甲酸钠（铜试剂）溶液（1%）；用时现配。
- 2.13 硫氰酸铵溶液（1mol/l）：30g硫氰酸铵溶于70ml水中，移入125ml分液漏斗中，每次以20ml甲基异丁基酮萃取至有机相无红色，最后将水相以水稀释至400ml，混匀。
- 2.14 氯化铵溶液（20%）：称取60g氯化铵加水溶解并以水稀释至300ml。每100ml此溶液加5ml硫氰酸铵溶液（2.13），每次以20ml甲基异丁基酮萃取至有机相无红色，弃去有机相。
- 2.15 氟化钠饱和溶液：称取20g氟化钠于500ml塑料杯中，加400ml热水，以塑料棒搅拌溶解，冷却后使用。
- 2.16 硫氰酸铵洗液：取60ml氯化铵溶液（2.14）、40ml硫氰酸铵溶液（2.13），加5ml氟化钠饱

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施

和溶液(2.15)以水稀释至300ml,贮于塑料瓶中。

2.17 PAN 甲基异丁基酮:称取0.5g1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)溶于100ml甲基异丁基酮中。

2.18 对硝基酚溶液(0.05%)。

2.19 锌标准溶液

2.19.1 称取0.5000g金属锌(99.9%)于250ml烧杯中,加20ml盐酸(1+1),加热溶解后,加5ml硫酸(2.5),加热蒸发至冒白烟,取下冷却,加少量水溶解盐类,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500.0 μ g锌。

2.19.2 移取10.00ml锌标准溶液(2.19.1),置于1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含5.0 μ g锌。

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

含量 %	试样量 g	加入硫酸(2.5) ml	分取溶液 ml	备注
0.01~0.06	0.5000	4	10.0	
>0.06~0.15	0.2000	3	10.0	
>0.15~0.30	0.1000	2	10.0	
0.30以上	0.1000	2	5.0	以空白试液 补至10ml

4.3 空白试验

随同试样做空白试验〔但溶样时加2ml硫酸(2.5)冒烟,浸取的熔融物合并于主液后,在搅拌下滴加盐酸(2.3)至无气泡产生,再过量2ml。中和时,先用氢氧化铵(2.8)中和至有氨味,再以硫酸(2.5)中和至无氨味〕,所用试剂须取自同一试剂瓶。本方法使用的烧杯、容量瓶、分液漏斗等玻璃器皿,均应不含锌。而且每次使用后都必须用浓硫酸清洗,再用水多次清洗,方可使用。

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)置于聚四氟乙烯烧杯中,加15ml盐酸(2.3),低温加热15min,加5ml硝酸(2.4),