

铁矿石化学分析方法
磺基水杨酸光度法测定金属铁量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.7—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The sulfosalicylic acid photometric method
for the determination of metallic iron content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中金属铁量的测定。测定范围：0.02~0.3%。
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

试样以氯化高汞-水杨酸钠乙醇溶液进行搅拌浸取，使金属铁和其他铁化合物进行分离，然后以磺基水杨酸光度法测定铁量。

2 试剂

2.1 盐酸（2+1）。

2.2 过氧化氢（3%）。

2.3 乙醇。

2.4 混合溶液：称取2.5g氯化汞（ HgCl_2 ）和3g水杨酸钠溶于100ml95%乙醇中。

2.5 显色液：称取100g磺基水杨酸溶于500ml水中，以氢氧化铵（1+1）中和至对硝基酚指示剂变色，以水稀至1L。

2.6 缓冲溶液：称取500g乙酸钠（ $\text{NaAC} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）溶于100ml盐酸（1+4）中，微热至60~70℃，待试剂溶解后，冷却，以水稀至1L。

2.7 铁标准溶液：称取0.1000g纯铁（99.5%以上），加入15ml盐酸（ ρ 1.19g/ml）溶解，滴加3~5滴过氧化氢（2.2），将溶液蒸发至体积约为10ml。冷却后，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，此溶液1ml含0.10mg铁。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 μm ，如试样中结合水或易氧化物含量高时，其粒度应小于160 μm 。

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

称取0.5000g试样。

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。每次测定随带二份空白试验。

4.4 校正试验

应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 将试样（4.2）置于干燥的150ml锥形瓶中，每次加入15~20ml乙醇（2.3），仔细摇匀。用场强1000Oe扁形磁铁外磁选三次，慢慢倾出非磁性矿物及乙醇，然后加入25ml混合溶液（2.4），电磁搅拌40min，将溶液及残渣移入100ml容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。放置10~15min，以干燥滤纸及漏斗过滤，弃去最初5ml滤液，移取20.00ml滤液置于100ml容量瓶中，加入3滴盐酸（2.1）、3滴过氧化氢（2.2），加热至沸，取下冷却，加入10ml显色液（2.5）、10ml缓冲溶液（2.6），用水稀释至刻度。

4.5.2 放置10min后，将部分溶液移入3cm比色皿中，以随同试样空白为参比，于分光光度计波长460nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

4.6 工作曲线的绘制

移取20.00ml空白试验（4.3）溶液5份，注入5个100ml容量瓶中，分别加入0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00ml铁标准溶液（2.7）、3滴盐酸（2.1），加热至沸取下，冷却后加入10ml显色液（2.5）、10ml缓冲溶液（2.6），用水稀释至刻度。放置10min后，将部分溶液移入3cm比色皿中，以不加铁标准溶液的一份为参比，于分光光度计波长460nm处测量其吸光度。以铁量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按下式计算金属铁的百分含量：

$$M_{Fe} (\%) = \frac{m_1}{m} \times 100 \times K$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的金属铁量，mg；

m ——分取的试样量，mg；

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数（如使用预干燥试样，则 $K = 1$ ）， A 是按照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》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收：

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表1所列的允许差时，则试样分析值有效，否则无效，应重新分析。分析值是否有效，首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差，不大于表1所列允许差时，则可予以平均，计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时，则应按附录A的规定，进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算：

试样的有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位，并按数字修约规则的规定修约至小数第三位。

6 允许差