



中华人民共和国国家标准

GB 6730.29—86

铁矿石化学分析方法 硫酸钡重量法测定钡量

Methods for chemical analysis of iron ores
The barium sulfate gravimetric method for the
determination of barium content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法

硫酸钡重量法测定钡量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730·29—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The barium sulfate gravimetric method for the
determination of barium content

代替GB 1374—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钡量的测定。测定范围：0.50%以上。
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、硫酸处理、过滤，使钡与大部分干扰元素分离，残渣用氢氟酸除硅，用碳酸钠—碳酸钾熔融转化；在乙酸—乙酸铵缓冲溶液（pH5.9）中，以铬酸盐分离钡，再用碳酸盐分离引入的铬；在盐酸介质中，加硫酸使钡定量生成硫酸钡沉淀，以重量法测定。

2 试剂

- 2.1 混合熔剂：1份无水碳酸钠与1份碳酸钾研细混匀。
- 2.2 碳酸钠（无水）。
- 2.3 焦硫酸钾。
- 2.4 盐酸（ ρ 1.19g/ml）。
- 2.5 盐酸（1+1）。
- 2.6 盐酸（1+9）。
- 2.7 硝酸（ ρ 1.42g/ml）。
- 2.8 氢氟酸（ ρ 1.15g/ml）。
- 2.9 硫酸（1+1）。
- 2.10 硫酸（1+99）。
- 2.11 氢氧化铵（1+1）。
- 2.12 过氧化氢（30%）。
- 2.13 硝酸银溶液（1%）。
- 2.14 氯化钡盐酸溶液：称取1g氯化钡，溶于适量水中，加3ml盐酸（2.4），以水稀释至100ml，混匀。
- 2.15 碳酸钠溶液（1%）。
- 2.16 乙酸—乙酸铵缓冲溶液（pH5.9）：称取154g乙酸铵溶于少量水中，加7.5ml冰乙酸，用水稀释至1000ml，混匀。用pH计校正。
- 2.17 重铬酸钾溶液（5%）。
- 2.18 重铬酸钾洗液（0.3%）：每100ml加2g乙酸铵。
- 2.19 乙酸铵溶液（2%）。
- 2.20 硫化氢气体：用气体发生器制取。
- 2.21 饱和硫化氢盐酸溶液：在盐酸（5+95）中通硫化氢约10min。

2.22 甲基红指示剂 (0.2%)：称0.2g甲基红溶于60ml乙醇中，加水至100ml。

2.23 甲基橙指示剂 (0.1%)。

3 试样

3.1 一般试样粒度小于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

按表1称取试样。

表 1

钡 量, %	称 样 量, g
<15	1.0000
>15	0.5000

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 称取试样 (4.2) 置于300ml烧杯中，加15ml盐酸 (2.4)，低温加热溶解20min，加5ml硝酸 (2.7)，继续加热浓缩至5ml时，取下。加5ml硫酸 (2.9)，加热蒸发至冒白烟，冷却，加100ml热水，加热至微沸，溶解可溶性盐类，取下，放置2h。用慢速滤纸过滤，用硫酸 (2.10) 洗净烧杯，洗沉淀及滤纸5~6次，再用水洗2~3次，弃去滤液。

4.5.2 将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，在800℃左右灼烧10~20min，冷却，用水润湿，加6~8滴硫酸 (2.9)、10ml氢氟酸 (2.8)，低温加热蒸发至冒尽三氧化硫白烟。

4.5.3 对含有大量稀土、铈和钛等元素的难溶试样，作如下处理：于除硅后的铂坩埚中，加3g焦硫酸钾 (2.3)，先于450℃熔融，再逐渐升温至650℃熔融5~10min，冷却，用100ml硫酸 (2.10) 浸取熔融物（当试样含铈或二氧化钛量大于1%时，加1ml过氧化氢 (2.12) 加热溶解，用慢速滤纸过滤，并以硫酸 (2.10) 洗净烧杯，洗沉淀5~6次，再用水洗2~3次，将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，灼烧。

4.5.4 于铂坩埚 (4.5.2) 或 (4.5.3) 中加3~5g混合熔剂 (2.1)，在900℃熔融5~10min，冷却，置于400ml烧杯中，用100ml热水浸取，洗出坩埚，溶液加热煮沸，稍冷，用中速滤纸过滤。用碳酸钠溶液 (2.15) 洗沉淀及滤纸至无硫酸根〔用氯化钡盐酸溶液 (2.14) 检查〕。将沉淀用25ml热盐酸 (2.6) 溶解于原烧杯中（漏斗上盖表皿，以防反应剧烈而溅失），用热水洗净滤纸。

4.5.5 对含铅大于0.05%的试样，作如下处理：于溶液中加入2滴甲基橙指示剂 (2.23)，用氢氧化铵 (2.11) 调至变黄色，再用盐酸 (2.5) 调至变红色，并过量5~8滴，用水稀释至100ml，加热，通硫化氢 (2.20) 5min，冷却，再通硫化氢 (2.20) 5min，放置30~60min，用慢速滤纸过滤，用