



中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 191.1 ~ 191.7—2001

铬矿石化学分析方法

Methods for chemical analysis of chromium ores

2001 - 07 - 09 发布

2002 - 01 - 01 实施

国家经济贸易委员会 发布

目 录

YB/T 191.1—2001	铬矿石化学分析方法	重量法测定水分含量	1
YB/T 191.2—2001	铬矿石化学分析方法	滴定法测定三氧化二铬含量	6
YB/T 191.3—2001	铬矿石化学分析方法	高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量	12
YB/T 191.4—2001	铬矿石化学分析方法	重铬酸钾滴定法测定全铁含量	16
YB/T 191.5—2001	铬矿石化学分析方法	EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量	24
YB/T 191.6—2001	铬矿石化学分析方法	磷钼蓝分光光度法测定磷含量	30
YB/T 191.7—2001	铬矿石化学分析方法	红外线吸收法测定硫含量	35

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 1 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:刘 冰、于桂萍。

铬矿石化学分析方法
重量法测定水分含量

YB/T 191.1—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
The gravimetric method for the determination of moisture content

1 适用范围

本标准规定了用重量法测定水分含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、分析结果的计算、允许差。
本标准适用于铬矿石中水分含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.1—1987	散装矿产品取样、制样通则	手工取样方法
GB/T 2007.2—1987	散装矿产品取样、制样通则	手工制样方法
GB/T 2007.6—1987	散装矿产品取样、制样通则	水分测定方法—热干燥法

3 方法提要

称取风干的试料,置于调温 105℃~110℃烘箱中烘干至恒量,由前后重量之差计算出水分含量。

4 仪器与设备

- 4.1 干燥盘:表面光滑、清洁的不锈钢金属盘,规格为 350 mm×240 mm×30 mm。可容纳样层厚度不超过 15.0 mm。
- 4.2 托盘天平:最大称量不小于 3 000 g,感量 0.1 g。
- 4.3 干燥箱:具有可调控温装置,温度误差小于±5℃。并有可使干燥箱内空气流动而又不致吹走试料的鼓风装置。

5 取制样

- 5.1 按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 的规定进行取制样,试样的粒度应小于 10.0 mm。对于过湿或发粘而难于破碎、过筛、缩分的样品,可按附录 A 将样品干燥到制样不发生困难为止(见附录 A)。
- 5.2 试样制备后应立即进行水分测定。若不可能立即测定水分时,应将试样保存于密闭防潮容器内,在大致恒温恒湿条件下保管。
- 5.3 当大样用于测定水分时,从大样中分离出一个测定水分试样,分成两份。
当每个副样用于测定水分时,应由每个副样制取一个试验样。
按表 1 给出的测试份数,依每交货批副样数目从每一试样中制出。

表 1

每一交货批副样数	每一试料测试份数
1(大样)	2
2~7	2
≥8	至少 1

当份样用于测定水分时,至少每一份样制取一个试样。

5.4 当交货批比较大,连续从一个交货批取出的份样应混合成表 2 所指示的测定水分的副样数目。

当需长时间装或卸一个交货批时,至少应在完成作业的每 8 h 将上述份样混合成一个副样。

表 2

交货批重量/t	货物最低付样数	测定份数	测定数
≤5 000	1	2	2
>5 000~15 000	2	2	4
>15 000~30 000	4	2	8
>30 000	5	2	10

6 分析步骤

6.1 试料量

称取最低质量为 1 000.0 g 试料,精确至 0.1 g。

6.2 测定

将试料(6.1)置于已烘干并称重过的干燥盘中,均匀平铺,厚度小于 15.0 mm,将干燥盘放在 105℃~110℃的烘箱中,烘 90 min 后取出立即称量(天平应采取隔热措施)。记录数据后,再烘 30 min 称重,重复此操作,直至恒重为止,即最后两次称量之差小于试料量的 0.05%(质量分数),若再干燥后,试料量增加,则以增重的前一次测定结果作为最终数据。

7 分析结果的计算

7.1 试料水分的计算

用式(1)计算每个水分试料的水分质量分数 $\tau w_i(\%)$,结果表示至小数点后两位:

$$\tau w_i = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——干燥盘质量,单位为 g;
 m_2 ——干燥盘及试料烘干前质量,单位为 g;
 m_3 ——干燥盘及试料烘干至恒量的质量,单位为 g。

7.2 一批矿石水分含量的计算

7.2.1 当由大样制水分样测定水分时,用式(2)计算全批矿石水分含量平均值 $\overline{\tau w}$,结果表示至小数点后两位。

$$\overline{\tau w} = \frac{\tau w_1 + \tau w_2}{2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: τw_1 、 τw_2 ——分别为两个水分试料以质量分数表示的水分测定结果。

7.2.2 当以副样进行水分测定时,用式(3)计算副样水分结果和全批水分结果 $\overline{\tau w}(\%)$,结果表示至小数点后两位。

$$\overline{\tau w} = \frac{\sum_{i=1}^k N_i \tau w_i}{\sum_{i=1}^k N_i} \dots\dots\dots (3)$$

式中： k ——副样数；
 N_i ——第 i 个副样所含份样数；
 w_i ——第 i 个副样的水分，单位为 %；
 i ——1, 2, 3, …, k 。

7.2.3 当一批矿石分成几个质量不相等的部分时，每一部分必须单独测定水分含量，整批矿石的水分含量应用式(4)计算，每一部分的水分结果表示至小数点后 3 位，全批水分结果表示至小数点后两位。

$$\overline{w} = \frac{\sum_{i=1}^k M_i w_i}{\sum_{i=1}^k M_i} \dots\dots\dots (4)$$

式中： k ——整批矿石分成的部分数；
 M_i ——第 i 部分的质量；
 w_i ——第 i 部分的水分，单位为 %；
 i ——1, 2, 3, …, k 。

7.2.4 当用每个份样测定水分时，用式(5)计算全批矿石水分质量分数 $\overline{w}$ (%)。结果表示至小数点后两位。

$$\overline{w} = \frac{\sum_{i=1}^n w_i}{n} \dots\dots\dots (5)$$

式中： w_i ——第 i 个份样的水分，单位为 %；
 n ——份样数。

8 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3%

水分质量分数	允 许 差
≤1.00	0.10
>1.00~5.00	0.30
>5.00~8.00	0.40
>8.00	0.50

9 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
 - b) 遵守本标准规定的程度；
 - c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。

附 录 A

(标准的附录)

粘湿矿石水分含量测定方法

样品过湿或发粘难于破碎缩分时,可进行预干燥,在此情况下应按 A1~A3 条规定的方法测得全批矿石的水分含量。然后按 A4~A7 条计算总水分含量。

A1 称量试料质量精确至试料质量的 0.05%。

A2 将试料铺平,置于调至规定温度的干燥装置内,干燥至矿石水分与空气湿度接近平衡,在干燥过程中注意不使细粉末损失掉。

A3 将预干燥后的矿石,再一次称量试样质量,以式(A1)计算试料预干燥水分的质量分数 $w_p(\%)$ 。

$$w_p = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: m_1 ——预干燥前的试料质量,单位为 g;

m_2 ——预干燥后的试料质量,单位为 g。

A4 按照有关标准从预干燥样中制取测定热干燥水分的试料。

A5 按 6.2 条测定试料的热干燥减量,并按 7.1 公式(1)计算预干燥后试料的水分的质量分数 $w_d(\%)$ 。

A6 用公式(A2)计算试样的总水分的质量分数 $w_{pd}(\%)$ 。

$$w_{pd} = w_p + \frac{100 - w_p}{100} \times w_d \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中: w_d ——预干燥后的试料水分的质量分数,单位为 %。

A7 按 7.2 条计算整批水分的质量分数(%)。

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 2 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:刘 冰、吴丽玉。

铬矿石化学分析方法
滴定法测定三氧化二铬含量

YB/T 191.2—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
Titrimetric method for the determination of oxidation chromium content

1 范围

本标准规定了用滴定法测定三氧化二铬含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于铬矿石中三氧化二铬含量的测定。测定范围:5.00%(质量分数)~60.00%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试料经过氧化钠熔融,用水浸取熔融物,用硫酸酸化并煮沸,在催化剂硝酸银存在下,用过硫酸铵氧化铬(Ⅲ)至铬(Ⅵ)。用硫酸亚铁铵标准溶液滴定,再用高锰酸钾标准溶液回滴。采用N-苯基邻氨基苯甲酸指示终点,或用电位滴定直接观察终点。由消耗标准溶液的量计算试料中三氧化二铬的质量分数。

4 试剂与材料

分析中,除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 过氧化钠:固体。

4.2 尿素:固体。

4.3 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

4.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.5 硫酸(1+1)。

4.6 硫酸(1+4)。

4.7 硫酸锰溶液(1 g/L)。

4.8 硝酸银溶液(1 g/L):每1 L溶液中加0.5 mL硝酸(ρ 1.42 g/mL),用棕色瓶贮存。

4.9 过硫酸铵溶液(250 g/L),用时现配。

4.10 氯化钠溶液(50 g/L)。

4.11 亚硝酸钾溶液(10 g/L)。

4.12 高锰酸钾标准溶液 [$c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$]。

4.12.1 高锰酸钾标准溶液的配制

称取 32.00 g 高锰酸钾溶于 1 000 mL 水中,转移到 10 L 棕色瓶中,加 9 L 水,混匀,放置 7 d~10 d,用锻烧石棉过滤后,备用。

4.12.2 高锰酸钾标准溶液的标定

称取 0.200 0 g 无水草酸钠(已于 130℃~140℃干燥 1 h~1.5 h,并于干燥器中冷却至室温)于 250 mL 锥形瓶中,加入 75 mL 水,微热溶解,加入 15 mL 硫酸(4.5),加热至 70℃~80℃,用高锰酸钾标准溶液(4.12)滴定至溶液粉红色出现,并保持 1 min~2 min 不褪色即为终点。

按式(1)计算高锰酸钾标准溶液的滴定度:

$$T_1 = \frac{m \times 0.378\ 0}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T_1 ——1 mL 高锰酸钾标准溶液(4.12.1)相当于三氧化二铬的质量,单位为 g/mL;

m ——草酸钠的质量,单位为 g;

V ——滴定所消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积,单位为 mL;

0.378 0——草酸钠换算为三氧化二铬系数。

4.13 硫酸亚铁铵标准溶液 [$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$]。

4.13.1 硫酸亚铁铵标准溶液的配制

称取 40.0 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 硫酸(4.6)溶解,过滤,移入棕色瓶中,稀释至 1 000 mL,混匀,使用前标定。

4.13.2 硫酸亚铁铵标准溶液的标定

称取 0.200 0 g 重铬酸钾(预先于 100℃~110℃烘 3 h~4 h,并于干燥器中冷却至室温)于 500 mL 烧杯中,用 200 mL 水溶解,加入 60 mL 硫酸(4.6),混匀并冷却。把电极(5.2.1)放进烧杯,接通磁搅拌器(5.2.2),用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至毫伏计(5.2.3)上出现最大偏转为终点。

按式(2)计算硫酸亚铁铵标准溶液的滴定度:

$$T_2 = \frac{m_1 \times 0.516\ 7}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中: T_2 ——1 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)相当于三氧化二铬的质量,单位为 g/mL;

m_1 ——加入重铬酸钾的质量,单位为 g;

V_1 ——滴定消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL;

0.516 7——重铬酸钾换算为三氧化二铬的系数。

4.13.3 硫酸亚铁铵标准溶液系数的计算:

移取 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)于预先用高锰酸钾标准溶液(4.12.1)滴定过的空白溶液中,加入 50 mL~60 mL 水,再用高锰酸钾标准(4.12.1)滴定至溶液呈粉红色,并保持 1 min~2 min 不褪色为终点。

按式(3)计算硫酸亚铁铵标准溶液的系数:

$$f = \frac{V_2}{V_3} \dots\dots\dots (3)$$

式中: f ——硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)与高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积比;

V_2 ——滴定消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积,单位为 mL;

V_3 ——加入硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL。

4.14 N-苯基邻氨基苯甲酸溶液(2 g/L):称取 0.2 g N-苯基邻氨基苯甲酸溶于 100 mL 碳酸钠溶液(2 g/L)中,混匀。

5 仪器与设备

- 5.1 分析中使用通常的实验室仪器、设备。
- 5.2 电位滴定装置。
- 5.2.1 电极对：铂指示电极，甘汞或钨电极为参比电极。
- 5.2.2 磁搅拌器。
- 5.2.3 毫伏计：与电极对(5.2.1)配套的测量 pH 值所用的高阻抗型毫伏计。

6 取制样

按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样，试样应通过 0.090 mm 筛孔，并于 105℃～110℃烘 2 h，且于干燥器中冷却至室温，备用。

7 分析步骤

安全须知：过氧化钠具有强烈的氧化性，不能与有机物等还原性物质接触，否则易发生燃烧和爆炸。过氧化钠的废料不得用纸或类似可燃物包裹后丢入废料箱内，应用水冲洗排入下水道内，以免自燃引起火灾。

7.1 试料量

按表 1 称取试料，准确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

三氧化二铬质量分数/%	试料量/g
5.0～20.0	0.50
>20.0～60.0	0.20

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于已盛有 4 g 过氧化钠(4.1)的 30 mL 刚玉坩锅中，搅拌均匀，再覆盖 1 g～2 g 过氧化钠(4.1)，先于电炉盘上加热焙烧，然后于 700℃高温炉中熔融，并保持 5 min。

7.3.2 取出坩埚冷却，将坩埚放入 500 mL 烧杯中，加入 100 mL～150 mL 热水，待剧烈反应停止后，洗出坩埚[如坩埚中粘有熔融物，可滴加硫酸(4.5)和水溶解，洗净坩埚后，取出]。加硫酸(4.5)直至氢氧化物沉淀溶解，并过量 20 mL，加入 5 mL 磷酸(4.3)，加水至体积 300 mL～350 mL。加热分解过氧化氢。

7.3.3 取下稍冷，加入 10 mL 硝酸银溶液(4.8)，10 mL 硫酸锰溶液(4.7)。[若试料中锰的质量分数大于 0.1%则不需加硫酸锰溶液(4.7)]，加 25 mL 过硫酸铵溶液(4.9)，加热至溶液呈紫红色。继续加热煮沸至冒大气泡，加入 10 mL 氯化钠溶液(4.10)，煮沸 10 min。向此溶液中加入 5 mL 硫酸锰溶液(4.7)，继续煮沸 3 min～5 min。

7.3.4 如有粉色出现，则再加入 10 mL 氯化钠溶液(4.10)继续煮沸，直至无粉红色出现。用流水冷却至室温。

7.3.5 滴定

7.3.5.1 指示剂滴定法

用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定(7.3.4)所得溶液至溶液黄色减退但未完全消失时，加入 4 滴 N-苯基邻氨基苯甲酸溶液(4.14)，继续滴定至溶液变为亮绿色，并过量 5 mL～10 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)，记录硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的总体积 V_4 。再用高锰酸钾标准溶液(4.12.1)滴定

至溶液变为粉红色,并保持 1 min~2 min 不褪色,记录消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)体积 V_5 。

7.3.5.2 电位滴定法

向 7.3.4 所得溶液中加入 60 mL 硫酸(4.6),将电极对(5.2.1)放入烧杯中,接通磁搅拌器(5.2.2),用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至毫伏计(5.2.3)上出现最大偏转,记录消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积 V_8 。逐滴加入高锰酸钾标准溶液(4.12.1)直至粉红色出现,并保持 1 min~2 min,再逐滴加入亚硝酸钾溶液(4.11)至粉红色消失,立即加入 1.0 g~1.5 g 尿素(4.2)分解过量亚硝酸钾,继续用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至毫伏计上出现最大偏转,记录消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积 V_9 。

8 分析结果的计算

8.1 指示剂滴定法的分析结果计算

按式(4)计算三氧化二铬的质量分数:

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3)(\%) = \frac{[(V_4 \times f - V_5) - (V_6 \times f - V_7)] \times T_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_4 ——滴定试料溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)总的体积,单位为 mL;

V_5 ——滴定试料溶液中过量硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积,单位为 mL;

V_6 ——滴定空白试验溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)总的体积,单位为 mL;

V_7 ——滴定空白试验溶液中过量的硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积,单位为 mL;

f ——按照(4.13.3)计算出的硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)与高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积比;

T_1 ——按照(4.12.2)计算出的 1 mL 高锰酸钾标准溶液(4.12.1)相当于三氧化二铬的质量,单位为 g/mL;

m_0 ——试料量,单位为 g。

分析结果表示至小数点后两位。

8.2 电位滴定法的分析结果的计算

按式(5)计算三氧化二铬的质量分数:

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3)(\%) = \frac{(V_8 - V_9 - V_{10}) \times T_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: V_8 ——滴定试料溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL;

V_9 ——滴定试料溶液中钒消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL;

V_{10} ——滴定空白试验溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL;

T_2 ——按 4.13.2 计算出的 1 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)对三氧化二铬的质量,单位为 g/mL;

m_0 ——试料量,单位为 g。

分析结果表示至小数点后两位。

9 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2%

三氧化二铬的质量分数	允 许 差
5.00～15.00	0.20
>15.00～30.00	0.30
>30.00～60.00	0.40

10 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- a) 鉴别试料、实验室的分析日期等资料；
 - b) 遵守本标准规定的程度；
 - c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作，或者任选的操作。
-

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 3 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:王 海。

铬矿石化学分析方法

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

YB/T 191.3—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
The perchloric acid dehydration gravimetric method
for the determination of silicon dioxide content

1 范围

本标准规定了用高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取试样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于铬矿石中二氧化硅含量的测定。测定范围：1.00%（质量分数）～30.00%（质量分数）。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试料经过高氯酸酸溶及碳酸钠-无水硼酸钠回收残渣后，用高氯酸脱水，过滤分离，沉淀经氢氟酸处理，处理前后质量差即为二氧化硅的质量。

4 试剂与材料

分析中，除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 混合熔剂：取无水碳酸钠 2 份与无水硼酸钠 1 份研细混匀使用。
4.2 盐酸（ ρ 1.19 g/mL）。
4.3 高氯酸（ ρ 1.67 g/mL）。
4.4 氢氟酸（ ρ 1.15 g/mL）。
4.5 无水乙醇。
4.6 盐酸（1+1）。
4.7 盐酸（5+95）。
4.8 硫酸（1+1）。
4.9 硫氰酸铵溶液（50 g/L）。
4.10 硝酸银溶液（10 g/L）。

5 仪器与设备

分析中,使用通常的实验室仪器、设备。

6 取制样

按 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样,试样应通过 0.090 mm 筛孔,并于 105℃~110℃烘 2 h,于干燥器中冷却至室温,备用。

7 分析步骤

安全须知:高氯酸具有强烈的氧化性,遇酸、碱、受潮、强热或与易燃物、有机物、还原剂等性质有抵触的物质混存能发生分解,引起燃烧和爆炸,并且溅到皮肤上也是危险的,用时必须在通风橱内进行,并且远离明火。

7.1 试料量

按表 1 称取试料,准确至 0.000 1 g。

表 1

二氧化硅的质量分数/%	试料量/g
<10.0	1.00
≥10.0	0.50

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 高氯酸(4.3)加热溶解至近干,取下冷却。用少量水冲洗烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(4.2),40 mL 温水。加热溶解盐类。立即用中速定量滤纸过滤,收集滤液于 400 mL 烧杯中。用带橡皮头的玻璃棒擦净杯壁,热水洗净烧杯。用热的盐酸(4.7)洗涤滤纸及沉淀至无铁离子[用硫氰酸铵溶液(4.9)检验],再用热水洗涤滤纸及沉淀至无氯离子[用硝酸银溶液(4.10)检验],保留滤液及洗液。

7.3.2 将滤纸及残渣置于铂坩锅中,小心干燥、灰化后,在 800℃高温炉中灼烧 20 min,冷却,加入 3 g~4 g 混合熔剂(4.1),混匀,置于 1 000℃高温炉内熔融 10 min~15 min,取出,冷却,将铂坩锅放入盛有滤液及洗液的烧杯中,加入 30 mL 盐酸(4.6),加热,待熔融物溶解后,用热水洗净坩锅并取出。

7.3.3 将 7.3.2 加热蒸发至 50 mL,加入 50 mL 高氯酸(4.3)。盖上表皿加热冒高氯酸烟至湿盐状。取下冷却,加入 50 mL 盐酸(4.7),50 mL 热水,搅拌溶解盐类。用慢速定量滤纸过滤,用带橡皮头的玻璃棒擦净杯壁,用热的盐酸(4.7)洗净杯壁再洗涤滤纸及沉淀至无铁离子[用硫酸氰铵溶液(4.9)检验],再用热水洗涤滤纸及沉淀至无氯离子[用硝酸银溶液(4.10)检验],保留原烧杯、滤液及洗液。

7.3.4 将滤液及洗液加热蒸发至 50 mL,加入 20 mL 高氯酸(4.3),按步骤 7.3.3 进行。

7.3.5 将 7.3.3 和 7.3.4 两次所得的沉淀连同滤纸置于铂坩锅中,小心干燥、灰化后,在 600℃高温炉中灼烧 20 min,取出,冷却,加入 1 mL 盐酸(4.2)、1 mL 无水乙醇(4.5)于低温电炉盘上小心蒸干,并重复一次,然后置于 1 000℃高温炉内灼烧 30 min,取下稍冷后,置于干燥器内,冷却至室温,称量。重复操作至恒量。并记下质量 m_1 。

7.3.6 加水润湿残渣,加入 4 滴~5 滴硫酸(4.8)、5 mL 氢氟酸(4.4),将铂坩锅置于电炉盘上蒸发至冒尽硫酸烟。于 1 000℃高温炉内灼烧 20 min,取下稍冷后,置于干燥器内,冷却至室温,称量。重复操作至恒量。并记下质量 m_2 。

8 分析结果的计算

按式(1)计算二氧化硅的质量分数：

$$w(\text{SiO}_2)(\%) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 \qquad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——氢氟酸处理前沉淀及坩埚的质量，单位为 g；
 m_2 ——氢氟酸处理后沉淀及坩埚的质量，单位为 g；
 m_3 ——氢氟酸处理前空白坩埚的质量，单位为 g；
 m_4 ——氢氟酸处理后空白坩埚的质量，单位为 g；
 m ——试料量，单位为 g。

分析结果表示至小数点后两位。

9 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2%

二氧化硅的质量分数	允 许 差
1.00～5.00	0.08
>5.00～10.00	0.12
>10.00～20.00	0.25
>20.00～30.00	0.40

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守标准规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 4 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准包括三氯化钛-重铬酸钾滴定法测定全铁含量和氯化亚锡、氯化汞-重铬酸钾滴定法测定全铁含量两个方法。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:马 勤、王 海。

铬矿石化学分析方法
重铬酸钾滴定法测定全铁含量

YB/T 191.4—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
The potassium dichromate titrimetric method for
the determination of total iron content

第一篇 三氯化钛-重铬酸钾滴定法测定全铁含量

1 范围

本标准规定了用三氯化钛-重铬酸钾滴定法测定全铁含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于铬矿石中全铁含量的测定。测定范围：1.00%（质量分数）～32.00%（质量分数）。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试料经过氧化钠熔融，用水浸出可溶物质，过滤、沉淀以盐酸溶解。用氨水沉淀铁，使之生成氢氧化铁而与铬等杂质分离。用盐酸溶解沉淀物，加热溶液至微沸，先以氯化亚锡还原大部分三价铁，以钨酸钠为指示剂，滴加三氯化钛还原剩余的三价铁为二价。过量的三氯化钛进一步还原钨酸根生成“钨蓝”，再滴加重铬酸钾溶液至蓝色消失。加入硫磷混酸，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定至紫色为终点。

试料中砷量超过 1.5 mg 对测定有影响。

4 试剂与材料

分析中，除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 过氧化钠：固体。

4.2 硫酸（ ρ 1.84 g/mL）。

4.3 盐酸（ ρ 1.19 g/mL）。

4.4 磷酸（ ρ 1.70 g/mL）。

4.5 氨水（ ρ 0.91 g/mL）。

- 4.6 过氧化氢(ρ 1.13 g/mL)。
- 4.7 硫酸(1+20)。
- 4.8 盐酸(1+9)。
- 4.9 盐酸(5+95)。
- 4.10 硫磷混酸:在搅拌下,慢慢加入 200 mL 硫酸(4.2)于 500 mL 水中,稍冷,再加入 300 mL 磷酸(4.4),混匀。
- 4.11 氯化铵溶液(300 g/L)。
- 4.12 氯化铵洗液(10 g/L)。
- 4.13 氯化亚锡溶液(50 g/L):称取 5.00 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解在 10 mL 热盐酸(4.3)中,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 4.14 三氯化钛溶液(1+10):移取三氯化钛[市售 15%(质量分数)~20%(质量分数)]溶液,用盐酸(4.9)稀释,用时现配。
- 4.15 钨酸钠溶液(250 g/L):称取 25.00 g 钨酸钠溶于适量水中(如浑浊则过滤),加 10 mL 磷酸(4.4),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 4.16 硫酸亚铁铵溶液(0.01 mol/L):称取 4.00 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(4.7)微热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(4.7)稀释至刻度,混匀。
- 4.17 重铬酸钾标准溶液 $[c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.01 \text{ mol/L}]$:称取 2.942 g 重铬酸钾(预先于 140℃~150℃烘 2 h,并置于干燥器中冷却至室温),置于 250 mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 4.18 二苯胺磺酸钠溶液(2 g/L)。

5 仪器与设备

分析中,使用通常的实验室仪器、设备。

6 取制样

按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样,试样应通过 0.076 mm 筛孔,并于 105℃~110℃烘 2 h,于干燥器中冷却至室温,备用。

7 分析步骤

安全须知:过氧化钠具有强烈的氧化性,不能与有机物等还原性物质接触。否则易发生燃烧和爆炸,过氧化钠的废料不得用纸或类似可燃物包裹后丢入废料箱内,应使用水冲洗排入下水道,以免自燃引起火灾。

7.1 试料量

按表 1 称取试料,准确至 0.000 1 g。

表 1

全铁的质量分数/%	试料量/g
<5.0	0.50
≥5.0	0.20

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于已盛有 5.00 g 过氧化钠(4.1)的 30 mL 刚玉坩埚中,搅拌均匀,再覆盖 1.00 g~2.00 g 过氧化钠(4.1),先于电炉盘上加热焙烧,然后再于 700℃高温炉中熔融,并保持 5 min。

7.3.2 取出坩埚冷却。将坩埚放入 500 mL 烧杯中,加入 200 mL~300 mL 热水,当剧烈反应停止后,加入 20 mL 氯化铵溶液(4.11),加热煮沸 5 min。

7.3.3 将坩埚用热水洗出(保留坩埚)。将试料溶液放置片刻,用两张中速滤纸过滤,用热水洗烧杯及沉淀 3 次~4 次,弃去滤液。用热盐酸(4.8)将沉淀冲入原烧杯中,并洗净滤纸,再将坩埚置于烧杯上,用热盐酸(4.8)冲洗 5 次~6 次。用水稀释至 250 mL~300 mL,加热使沉淀完全溶解。取下加入 1 mL 过氧化氢(4.6)混匀,加入氨水(4.5)直到氢氧化物沉淀析出,再过量 5 mL。

7.3.4 将盛有氢氧化物沉淀的烧杯加热微沸 2 min~3 min,取下放置片刻,用中速滤纸过滤。用热的氯化铵洗液(4.12)冲洗烧杯及沉淀 5 次~6 次,弃去滤液。用热水将沉淀冲入原烧杯中,用 20 mL 盐酸(4.3)冲洗滤纸,并用热水洗净滤纸,洗液并于原烧杯中,加热溶解沉淀,微沸。

7.3.5 取下,边摇动边滴加氯化亚锡溶液(4.13)使溶液呈淡黄色(空白试验及铁的质量分数在 5%以下的试料,可不必用氯化亚锡溶液还原)。加入 20℃~40℃的热水至 150 mL~200 mL,加 2 mL 钨酸钠溶液(4.15),滴加三氯化钛溶液(4.14)至出现蓝色,并过量 1 滴~2 滴。以重铬酸钾标准溶液(4.17)滴定至无色(不记取读数),立即加入 10 mL 硫磷混酸(4.10),滴加 3 滴~5 滴二苯胺磺酸钠指示剂(4.18),混匀,立即用重铬酸钾标准溶液(4.17)滴定至紫色为终点。

7.3.6 空白试验的测定

按 7.3.1~7.3.5 进行操作,在未加硫磷混酸前,准确加入 6.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.16),加入 10 mL 硫磷混酸溶液(4.10),滴加 3 滴~5 滴二苯胺磺酸钠指示剂(4.18),立即用重铬酸钾标准溶液(4.17)滴定至紫色,记录下消耗的体积 A ,再向溶液中准确加入 6.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.16),仍以重铬酸钾标准溶液(4.17)滴定至紫色,记录下消耗的体积 B ,再重复加入硫酸亚铁铵溶液(4.16),再用重铬酸钾标准溶液滴定,当 B 值为一恒定值时,则 $(A-B)$ 即为空白试验消耗重铬酸钾标准溶液的体积 (V_0) 。

8 分析结果的计算

8.1 按式(1)计算全铁的质量分数:

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{(V - V_0) \times c \times 55.85 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定试料消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为 mL;

V_0 ——滴定空白试验消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为 mL;

c ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为 mol/L;

m ——试料量,单位为 g;

55.85——铁的摩尔质量,单位为 g/mol。

分析结果表示至小数点后两位。

8.2 按式(2)计算氧化铁的质量分数:

$$w(\text{FeO})(\%) = 1.2865 w(\text{Fe})(\%) \quad \dots\dots\dots (2)$$

分析结果表示至小数点后两位。

9 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2%

全铁的质量分数	允 许 差
1.00~2.00	0.14
>2.00~4.00	0.20
>4.00~8.00	0.25
>8.00~16.00	0.30
>16.00~32.00	0.40

10 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
 - b) 遵守本标准规定的程度；
 - c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。

第二篇 氯化亚锡-氯化汞-重铬酸钾滴定法测定全铁含量

11 范围

本标准规定了用氯化亚锡-氯化汞-重铬酸钾滴定法测定全铁含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于铬矿石中全铁含量的测定，测定范围：0.50%（质量分数）~32.00%（质量分数）。

12 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

13 方法提要

试料经过氧化钠熔融，用水浸出可溶物质，过滤，沉淀以盐酸溶解。用氨水沉淀铁，使之生成氢氧化铁而与铬等杂质分离。用盐酸溶解沉淀物，浓缩体积，用氯化锡还原三价铁为二价铁，再用氯化汞除去过量的氯化亚锡。在硫磷混酸的介质中，以二苯胺磺酸钠为指标剂，用重铬酸钾标准溶液滴定至紫色为终点。

试料中砷量超过 1.5 mg 对测定有影响。

14 试剂与材料

- 分析中，除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。
- 14.1 过氧化钠：固体。
 - 14.2 硫酸(ρ1.84 g/mL)。
 - 14.3 盐酸(ρ1.19 g/mL)。
 - 14.4 磷酸(ρ1.70 g/mL)。

- 14.5 氨水(ρ 0.91 g/mL)。
- 14.6 过氧化氢(ρ 1.13 g/mL)。
- 14.7 硫酸(1+20)。
- 14.8 盐酸(1+9)。
- 14.9 盐酸(1+100)。
- 14.10 硫磷混酸:移取 150 mL 硫酸(14.2)和 150 mL 磷酸(14.4),边摇动边小心注入到 500 mL 水中,冷却后用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 14.11 氯化铵溶液(300 g/L)。
- 14.12 氯化铵洗液(10 g/L)。
- 14.13 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 10.00 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解在 30 mL 盐酸(14.3)中,加热溶解,冷却后稀释至 100 mL,混匀。
- 14.14 氯化汞饱和溶液:称取 10.00 g 氯化汞溶于 100 mL 热水中,冷却后使用。
- 14.15 硫酸亚铁铵溶液(0.01 mol/L):称取 4.00 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(14.7)微热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(14.7)稀释至刻度,混匀。
- 14.16 重铬酸钾标准溶液 $[c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.01 \text{ mol/L}]$:称取 2.942 g 重铬酸钾(预先于 140℃~150℃烘 2 h,并置于干燥器中冷却至室温),置于 250 mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 14.17 二苯胺磺酸钠溶液(2 g/L)。

15 仪器与设备

分析中,使用通常的实验室仪器、设备。

16 取制样

按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样,试样应通过 0.076 mm 筛孔,并于 105℃~110℃烘 2 h,于干燥器中冷却至室温,备用。

17 分析步骤

安全须知:过氧化钠具有强烈的氧化性,不得与有机物等还原性物质接触。否则易发生燃烧和爆炸,过氧化钠的废料不得用纸或类似可燃物包裹后丢入废料箱内,应使用水冲洗排入下水道,以免引起火灾。

废液的处理:将含汞盐的废液可先调节 pH8~10,再加入过量硫化钠,使其生成硫化汞沉淀,再加入硫酸亚铁盐作共沉淀剂,硫化铁将水中悬浮的硫化汞微粒吸附而共沉淀。清液可排放,残渣可用焙烧法回收汞或再制成汞盐。

17.1 试料量

按表 3 称取试料,准确至 0.000 1 g。

表 3

全铁的质量分数/%	试料量/g
<5.0	0.50
≥5.0	0.20

17.2 空白试验

随同试料做空白试验。

17.3 测定

17.3.1 将试料(17.1)置于已盛有 5.00 g 过氧化钠(14.1)的 30 mL 刚玉坩埚中,搅拌均匀,再覆盖 1.00 g~2.00 g 过氧化钠(14.1),先于电炉盘上加热焙烧,然后再于 700℃ 高温炉中保持 5 min。

17.3.2 取出坩埚冷却。将坩埚放入 500 mL 烧杯中,加入 200 mL~300 mL 热水,当剧烈反应停止后,加入 20 mL 氯化铵溶液(14.11),加热煮沸 5 min。

17.3.3 将坩埚用热水洗出(保留坩埚)。将试料溶液放置片刻,用两张中速滤纸过滤,用热水洗烧杯及沉淀 3 次~4 次,弃去滤液。用热盐酸(14.8)将沉淀冲入原烧杯中,并洗净滤纸,再将坩埚置于烧杯上,用热盐酸(14.8)冲洗 5 次~6 次。用水稀释至 250 mL~300 mL,加热使沉淀完全溶解。取下加入 1 mL 过氧化氢(14.6)混匀,加入氨水(14.5)直到氢氧化物沉淀析出,再过量 5 mL。

17.3.4 将盛有氢氧化物沉淀的烧杯加热微沸 2 min~3 min,取下放置片刻,用中速滤纸过滤。用热的氯化铵洗液(14.12)冲洗烧杯及沉淀 5 次~6 次,弃去滤液。用热水将沉淀冲入原烧杯中,用 20 mL 盐酸(14.3)冲洗滤纸,并用热水冲洗净滤纸,洗液并于原烧杯中,加热溶解沉淀。

17.3.5 将溶液微沸浓缩 20 mL~30 mL,用盐酸(14.9)冲洗烧杯壁,边摇动边滴加氯化亚锡溶液(14.13)至铁黄色刚好消失,并过量 1 滴~2 滴。立即用流水冷却至室温,加入 10 mL 氯化汞饱和溶液(14.14),混匀放置 3 min~5 min,加入 100 mL 水,20 mL 硫磷混酸(14.10)混匀,滴加 3 滴~5 滴二苯胺磺酸钠溶液(14.17)混匀,立即用重铬酸钾标准溶液(14.16)滴定至紫色为终点。

17.3.6 空白值的测定

按 17.3.1~17.3.5 进行操作,在未加硫磷混酸前,准确加入 6.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(14.15),加入 10 mL 硫磷混酸溶液(14.10),滴加 3 滴~5 滴二苯胺磺酸钠溶液(14.17),立即用重铬酸钾标准溶液(14.16)滴定至紫色,记录下消耗的体积 A ,再向溶液中准确加入 6.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(14.15),仍以重铬酸钾标准溶液(14.16)滴定至紫色,记录下消耗的体积 B 。再重复加入硫酸亚铁铵溶液(14.15),再用重铬酸钾标准溶液(14.16)滴定,当 B 值为一恒定值时,则 $(A-B)$ 即为空白试验消耗重铬酸钾标准溶液的体积(V_0)。

18 分析结果的计算

18.1 按式(3)计算全铁的质量分数:

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{(V - V_0) \times c \times 55.85 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: V ——滴定试料消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为 mL;

V_0 ——滴定空白试验消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为 mL;

c ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为 mol/L;

m ——试料量,单位为 g;

55.85——铁的摩尔质量,单位为 g/mol。

分析结果表示至小数点后两位。

18.2 按式(4)计算氧化铁的质量分数:

$$w(\text{FeO})(\%) = 1.2865 w(\text{Fe})(\%) \quad \dots\dots\dots (4)$$

分析结果表示至小数点后两位。

19 允许差

两个独立的分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4%

全铁的质量分数	允 许 差
0.50～1.00	0.10
>1.00～2.00	0.14
>2.00～4.00	0.20
>4.00～8.00	0.25
>8.00～16.00	0.30
>16.00～32.00	0.40

20 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
 - b) 遵守本标准规定的程度；
 - c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作或者任选的操作。
-

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 5 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:马 勤。

铬矿石化学分析方法
EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量 YB/T 191.5—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
The EDTA titrimetric method for the determination
of calcium oxide and magnesium oxide content

1 范围

本标准规定了用 EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、分析结果的计算、允许差。

本标准适用于铬矿石中氧化钙和氧化镁含量的测定。测定范围：氧化钙质量分数大于 0.10%；氧化镁质量分数大于 3.00%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
- GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试料用硝酸、高氯酸分解并氧化铬至高价，加入盐酸使铬以氯化铬酰形式逸出，未溶残渣用硫酸及氢氟酸挥发除二氧化硅，用焦硫酸钾熔融，将熔融液与主液合并。

用六次甲基四胺、铜试剂沉淀分离铁、铝、钛、铜及铬等干扰元素。取部分试液，用丙三醇做保护剂，以孔雀绿为指示剂，滴加氢氧化钾溶液调节 $pH \geq 12$ ，以钙黄绿素和百里酚酞为混合指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定。借此测得氧化钙的含量。

另取部分试液，加入缓冲溶液调节 $pH=10$ ，以铬黑 T 为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定钙镁含量，用差减法计算氧化镁的含量。

4 试剂与材料

分析中，除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 焦硫酸钾：固体。
- 4.2 氯化钾：固体。
- 4.3 六次甲基四胺：固体。
- 4.4 硝酸($\rho 1.42\text{ g/mL}$)。
- 4.5 高氯酸($\rho 1.67\text{ g/mL}$)。
- 4.6 氢氟酸($\rho 1.15\text{ g/mL}$)。

- 4.7 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.8 盐酸(1+1)。
- 4.9 盐酸(1+100)。
- 4.10 硫酸(1+1)。
- 4.11 氢氧化钾溶液(400 g/L),贮存于塑料瓶中。
- 4.12 铜试剂溶液(20 g/L),用时现配。
- 4.13 缓冲溶液:称取 67.5 g 氯化铵溶于 400 mL 水中,加入 570 mL 氨水(ρ 0.91 g/mL)以水稀释至 1 000 mL,混匀,此溶液 pH 为 10。
- 4.14 丙三醇溶液(1+1)。
- 4.15 氧化镁标准溶液(0.5 mg/mL)。

称取 0.500 0 g 预先于 950℃~1 000℃灼烧 1 h 并冷却至室温的高纯氧化镁,置于 250 mL 烧杯中。加入约 100 mL 水,盖上表皿,滴加盐酸(4.8)至试剂溶解,加热至沸,取下,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.16 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.025 \text{ mol/L}$]

4.16.1 EDTA 标准溶液的配制

称取 9.3 g EDTA 置于 400 mL 烧杯中,于 50℃~60℃加热溶解。过滤此溶液于 1 000 mL 容量瓶中。冷却后,用水稀释至刻度,混匀。

溶液长期存放要储存于聚乙烯瓶内。

4.16.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的标定

移取 50.00 mL 氧化镁标准溶液(4.15)3 份,分别置于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 缓冲溶液(4.13),用水稀释至 150 mL 左右,加入约 0.08 g~0.15 g 的铬黑 T 指示剂(4.20)在不断搅拌下,用 EDTA 标准溶液(4.16.1)滴定至溶液由红色变为亮蓝色为终点。3 份氧化镁标准溶液所消耗的 EDTA 标准溶液体积的极差不超过 0.05 mL,取其平均值。同时做试剂空白试验。

4.16.3 计算

按式(1)计算 EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度:

$$T_1 = \frac{m_1 \times 50.00}{V_1 - V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中: T_1 ——EDTA 标准溶液(4.16.1)对氧化镁的滴定度,单位为 g/mL;

m_1 ——1 mL 氧化镁标准溶液(4.15)中氧化镁的质量,单位为 g;

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液(4.16.1)的体积,单位为 mL;

V_2 ——滴定空白试验溶液时消耗 EDTA 标准溶液(4.16.1)的体积,单位为 mL。

按式(2)计算 EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度:

$$T_2 = 1.3911 \times T_1 \dots\dots\dots(2)$$

式中: 1.3911——氧化镁换算成氧化钙的系数。

4.17 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.0125 \text{ mol/L}$]。

移取 250.00 mL EDTA 标准溶液(4.16.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.18 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.005 \text{ mol/L}$]。

移取 100.00 mL EDTA 标准溶液(4.16.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.19 孔雀绿指示剂(2 g/L):乙醇溶液。

4.20 铬黑 T 指示剂:0.1 g 铬黑 T 与 10 g 氯化钾(4.2)混合并于研钵内研细。

4.21 钙黄绿素、百里酚酞混合指示剂:按钙黄绿素+百里酚酞+氯化钾(4.2)=1+1+100 混合并于研钵内研细。

5 仪器与设备

分析中,使用通常的实验室仪器、设备。

6 取制样

按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样,试样应通过 0.090 mm 筛孔,并于 105℃~110℃烘 2 h,于干燥器中冷却至室温,备用。

7 分析步骤

安全须知:高氯酸具有强烈的氧化性,遇酸、碱,受潮,强热或易燃物、有机物、还原剂或性质有抵触的物质混存能发生分解,引起燃烧和爆炸,并且溅到皮肤上也是危险的,用时必须在通风厨中进行,并远离明火。

7.1 试料量

称取 0.25 g 试料,准确至 0.000 1 g。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 300 mL 烧杯中,用少许水湿润试料(7.1),加入 5 mL 硝酸(4.4)和 50 mL 高氯酸(4.5)盖上表皿,低温加热至出现高氯酸浓白烟,取下稍冷,加入 10 mL 盐酸(4.7),继续加热至产生浓白烟呈回流状态使铬氧化至高价,小心沿杯壁滴加盐酸(4.7),使铬挥发,继续加热将被还原的铬氧化后,再小心沿杯壁滴加盐酸(4.7)反复进行除铬,直至无棕黄色的氯化铬酰烟产生为止,再继续加热至溶液近干,取下,放冷。用水冲洗杯壁及表皿,加入 10 mL 盐酸(4.7),100 mL 水加热溶解盐类。

7.3.2 用带有纸浆的快速滤纸过滤,用擦棒将附着烧杯壁上的不溶残渣擦净,用水冲洗至滤纸上,用热的盐酸溶液(4.9)洗涤残渣及滤纸 10 次~12 次,将洗涤液与主滤液并于 250 mL 烧杯中,滤液作为主液保留。

7.3.3 将不溶残渣与滤纸置于铂坩埚中,干燥、灰化,并于 800℃灼烧 10 min~20 min,取出冷却。以水润湿残渣,加入 3 滴~4 滴硫酸(4.10),5 mL 氢氟酸(4.6),加热至硫酸烟冒尽,于 700℃~800℃灼烧 10 min~20 min,取出冷却。加入 3 g 焦硫酸钾(4.1),先低温后逐渐增至 700℃左右熔融 5 min~10 min,冷却。将铂坩埚连同熔融物置于盛有主液的烧杯中,加热使熔融物溶解,用水洗净铂坩埚,取出。

7.3.4 将 7.3.3 所得溶液加热,取下稍冷,边搅拌,边滴加氢氧化钾溶液(4.11)至溶液刚好析出沉淀,再以盐酸(4.8)调节到沉淀刚溶解,加入 3 g 六次甲基四胺(4.3)混匀,在充分搅拌下,加入 25 mL 铜试剂溶液(4.12),冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去初流滤液。

7.3.5 氧化钙的滴定

移取 100.00 mL 滤液(7.3.4)于 250 mL 烧杯中,加水约至 150 mL,加入 15 mL 丙三醇溶液(4.14),滴加 3 滴孔雀绿指示剂(4.19),用氢氧化钾溶液(4.11)调至溶液蓝色刚好消失,并过量 8 mL,加入 0.08 g~0.1 g 钙黄绿素、百里酚酞混合指示剂(4.21),在不断搅拌下,当氧化钙的质量分数在 0.1%~1.0%时,用 EDTA 标准溶液(4.18)滴定;当氧化钙的质量分数大于 1.0%时,则用 EDTA 标准溶液(4.17)滴定,滴定至溶液的荧光绿色消失变成紫红色为终点。

7.3.6 氧化钙和氧化镁含量的滴定

移取 100.00 mL 滤液(7.3.4)于 250 mL 烧杯中,加水约至 150 mL,加入 15 mL 缓冲溶液(4.13),及 0.08 g~0.15 g 铬黑 T 指示剂(4.20),在不断搅拌下,用 EDTA 标准溶液(4.16)滴定至溶液由红色变为亮蓝色为终点。

8 分析结果的计算

8.1 按式(3)计算氧化钙的质量分数：

$$w(\text{CaO})(\%) = \frac{(V_3 - V_4) \times f \times T_2}{m \times \gamma} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：V₃——滴定试料(7.3.5)时消耗 EDTA 标准溶液(4.17 或 4.18)的体积,单位为 mL；
V₄——滴定空白试验时消耗 EDTA 标准溶液(4.17 或 4.18)的体积,单位为 mL；
f——0.005 mol/L 或 0.012 5 mol/L EDTA 标准溶液转换为 0.025 mol/L EDTA 标准溶液的系数；
在 0.005 mol/L EDTA 标准溶液的情况下,f=0.2；
在 0.012 5 mol/L EDTA 标准溶液的情况下,f=0.5；
T₂——按照 4.16.3 计算出的 EDTA 标准溶液(4.16.1)的滴定度,单位为 g/mL；
m——试料量,单位为 g；
γ——试液的分取比。

分析结果表示至小数点后两位。

8.2 按式(4)计算氧化镁的质量分数：

$$w(\text{MgO})(\%) = \frac{[(V_5 - V_6) - (V_3 - V_4) \times f] \times T_1}{m \times \gamma} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：V₃——滴定试料(7.3.5)中氧化钙含量时消耗 EDTA 标准溶液(4.17 或 4.18)的体积,单位为 mL；
V₄——滴定试料中氧化钙含量时相应空白试验溶液消耗 EDTA 标准溶液(4.17 或 4.18)的体积,单位为 mL；
V₅——滴定试料中氧化钙、氧化镁含量时消耗 EDTA 标准溶液(4.16.1)的体积,单位为 mL；
V₆——滴定试料中氧化钙、氧化镁含量时相应空白试验溶液消耗 EDTA 标准溶液(4.16.1)的体积,单位为 mL；
f——0.005 mol/L 或 0.012 5 mol/L EDTA 标准溶液转换为 0.025 mol/L EDTA 标准溶液的系数；
在 0.005 mol/L EDTA 标准溶液的情况下,f=0.2；
在 0.012 5 mol/L EDTA 标准溶液的情况下,f=0.5；
T₁——按照 4.16.3 计算出的 EDTA 标准溶液(4.16.1)的滴定度,单位为 g/mL；
m——试料量,单位为 g；
γ——试液的分取比。

分析结果表示至小数点后两位。

9 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 1,表 2 所列允许差。

表 1 测定氧化钙质量分数允许差 %

氧化钙质量分数	允 许 差
0.10~0.40	0.06
>0.40~1.00	0.12
>1.00	0.20

表 2 测定氧化镁质量分数允许差

%

氧化镁质量分数	允 许 差
3.00~6.00	0.25
>6.00~12.00	0.35
>12.00~20.00	0.45
>20.00	0.55

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守本标准规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 6 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:袁 萍。

铬矿石化学分析方法
磷钼蓝分光光度法测定磷含量

YB/T 191.6—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
The reduced molybdophosphate spectrophotometric
method for the determination of phosphorus content

1 范围

本标准规定了用磷钼蓝分光光度法测定磷含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于铬矿石磷含量的测定,测定范围:0.002%(质量分数)~0.020%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试料用过氧化钠熔融,在氨性溶液中,以铁为载体吸附磷,过滤分离。以盐酸溶解沉淀,经高氯酸、氯化钠除铬后,用亚磷酸氢钠将铁还原,加入钼酸铵、硫酸胍反应生成磷钼蓝,于分光光度计,波长 825 nm 处测量其吸光度。

4 试剂与材料

分析中,除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水,或与其纯度相当的水。

- 4.1 过氧化钠:固体。
- 4.2 氯化钠:固体。
- 4.3 无水碳酸钠:固体。
- 4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.5 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 4.6 盐酸(1+1)。
- 4.7 硫酸(1+1)。
- 4.8 氨水(ρ 0.91g/mL)。
- 4.9 氨水(1+100)。
- 4.10 亚硫酸氢钠溶液(100 g/L)。
- 4.11 溴化铵溶液(100 g/L)。

4.12 三氯化铁溶液(100 g/L):称取 10 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),加入 10 mL 盐酸(4.6),溶解后,用水稀释至 100 mL。

4.13 显色剂溶液

4.13.1 称取 20 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 100 mL 温水中,加 700 mL 硫酸(4.7)冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.13.2 硫酸胼溶液:称取 1.5 g 硫酸胼 $[(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.13.3 使用时取 25 mL 钼酸铵溶液(4.13.1),10 mL 硫酸胼溶液(4.13.2)及 65 mL 水,混匀,每次使用 25 mL 此溶液。

4.14 硫酸胼硫酸溶液:取 10 mL 硫酸胼溶液(4.13.2),加 15 mL 硫酸(7+5),75 mL 水,混匀。

4.15 磷标准溶液

4.15.1 磷标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 0.439 4 g 预先在 110℃烘至恒量,并保存于干燥器中的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 100 μg 磷。

4.15.2 磷标准溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$):移取 10.00 mL 的磷标准溶液(4.15.1)于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度并混匀。此溶液 1.00 mL 含 10 μg 磷。

5 仪器与设备

分析中,使用通常的实验室仪器、设备。

6 取制样

按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样。试料应通过 0.090 mm 筛孔,并于 105℃~110℃烘 2 h,于干燥器中冷却至室温,备用。

7 分析步骤

安全须知:高氯酸具有强烈的氧化性,遇酸、碱,受潮,强热或与易燃物、有机物、还原剂等性质有抵触的物质混存能发生分解,引起燃烧和爆炸,并且吸入、吞咽和溅到皮肤上也是危险的,用时必须在通风橱中进行,并远离明火。过氧化钠具有强烈的氧化性,不能与有机物等还原性物质接触,否则易发生燃烧和爆炸。过氧化钠的废料不得用纸或类似可燃物包裹后丢入废料箱内,应用水冲洗排入下水道内,以免自燃引起火灾。

7.1 试料量

称取 1.00 g 试料,准确至 0.000 1 g。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于已盛有 6 g 过氧化钠(4.1)的 30 mL 镍坩锅中,搅拌均匀,再覆盖 1 g 过氧化钠(4.1),将坩锅置于低温电热板上,加热焙烘至熔剂焦黄,然后放于 700℃~750℃马弗炉中,保持熔融 4 min~6 min,并不断摇动,使其熔化。

7.3.2 取出坩锅冷却,将坩锅置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 热水使熔融物浸出,取出坩锅后用水洗净。溶液冷却后,加 20 mL 硫酸(4.7),煮至澄清,再加入 2 mL 三氯化铁溶液(4.12),调整体积 200 mL~250 mL,用氨水(4.8)中和至沉淀刚出现并过量 10 mL,煮沸 1 min,趁热将沉淀用 $\phi 15$ mm 定量中速滤纸过滤,用温氨水(4.9)洗到滤液无色或浅黄色。

7.3.3 将沉淀用水和 20 mL 盐酸(4.6)冲洗入 300 mL 烧杯中。

注：砷含量高时，需要除砷，即加入 10 mL 溴化铵溶液(4.11)，蒸发至干，加 10 mL 盐酸(4.4)溶解盐类。

7.3.4 向 7.3.3 的溶液中加入 30 mL 高氯酸(4.5)蒸发至冒白烟，使残存的铬氧化，然后边加热边加入约 1 g 氯化钠(4.2)使铬挥发，再反复进行加氯化钠(4.2)的操作至不再出现氯化铬酰棕色蒸气，继续冒烟以除去氯。

7.3.5 自然冷却后，加入 40 mL 水溶解可溶性盐类，用加入少量滤纸浆的滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中，用温水洗至无酸性，流水冷却至室温后，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.6 显色溶液：移取 25.00 mL 溶液(7.3.5)于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 亚硫酸氢钠溶液(4.10)在沸水浴中加热至无色，立即加入 25 mL 显色剂溶液(4.13.3)，再在沸水浴中加热 15 min，取下流水冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.7 参比溶液：移取 25.00 mL 溶液(7.3.5)于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 亚硫酸氢钠溶液(4.10)在沸水浴中加热至无色，立即加入 25 mL 硫酸肼硫酸溶液(4.14)，再在沸水浴中加热 15 min，取下流水冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.8 将一部分显色溶液(7.3.6)移入适当厚度的吸收皿中，以参比溶液(7.3.7)为参比，于分光光度计波长 825 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上得出相应的磷量。

7.4 校准曲线

7.4.1 分别移取 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 磷标准溶液(4.15.2)于一组 100 mL 烧杯中，加入 2 mL 三氯化铁溶液(4.12)和 5 mL 高氯酸(4.5)，加热蒸发至冒高氯酸白烟，以下按 7.3.5～7.3.6 进行。

7.4.2 将一部分显色溶液(7.4.1)移入与(7.3.8)相同的吸收皿中，以试剂空白为参比于分光光度计波长 825 nm 处测量其吸光度，以显色溶液含磷量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

8 分析结果的计算

按下式计算磷的质量分数：

$$w(P)(\%) = \frac{m_1}{m_0 r} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：m₁——从标准曲线上查得的磷量，单位为 g；
m₀——试料量，单位为 g；
r——试料的分取比。

分析结果应表示至小数点后 3 位。

9 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

磷的质量分数	允 许 差
0.002~0.004	0.001
≥0.004~0.010	0.002
≥0.010~0.020	0.003

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：
a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
b) 遵守本标准规定的程度；

- c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。
-

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 7 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:上海申佳铁合金有限责任公司。

本标准主要起草人:毛建国。

铬矿石化学分析方法
红外线吸收法测定硫含量

YB/T 191.7—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
The infrared absorption method for the
determination of sulfur content

1 范围

本标准规定了用红外线吸收法测定硫含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、允许差。

本标准适用于铬矿石中硫含量的测定。测定范围：0.005%（质量分数）～0.045%（质量分数）。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
- GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧，生成的二氧化硫由氧气载至红外线分析仪的测量室，二氧化硫吸收其特定波长的红外能，其吸收能与其浓度成正比，根据检测器接收能量的变化可测得硫含量。

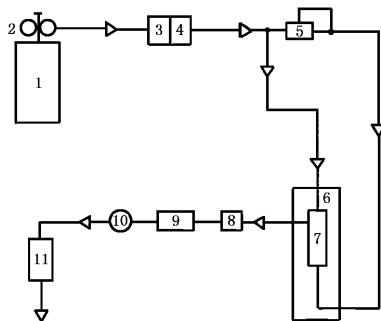
4 试剂与材料

- 4.1 高氯酸镁：无水、粒状。
- 4.2 高效 CO₂ 吸收剂：无水、粒状。
- 4.3 玻璃棉。
- 4.4 钨粒：粒度 0.8 mm～1.4 mm， $w(S) < 0.0002\%$ 。
- 4.5 纯铁：粒度 0.8 mm～1.8 mm， $w(S) < 0.0010\%$ 。
- 4.6 锡粒：粒度 0.4 mm～0.8 mm， $w(S) < 0.0003\%$ 。
- 4.7 氧气：纯度 $> 99.5\%$ 其他级别氧气若能获得低而一致的空白也可使用。
- 4.8 动力气：氮气或压缩空气，其水分及有机物杂质的质量分数 $< 0.5\%$ 。
- 4.9 坩埚：直径×高度 = 23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm，并在高于 1 200℃ 的高温加热炉中灼烧 4 h，冷却后待用。
- 4.10 坩埚钳。

5 仪器与设备

5.1 红外线吸收定硫仪

红外线吸收定硫仪(灵敏度为 0.1×10^{-6}),其流程图如图 1 所示。



1—氧气瓶;2—两级压力调节器;3—洗气瓶;4、9—石英管;
5—压力调节器;6—高频感应炉;7—燃烧管;8—除尘器;
10—流量控制器;11—二氧化硫红外检测器

图 1 红外线吸收定硫仪流程图

5.1.1 石英管 4:内装二氧化碳吸收剂(4.2)及高氯酸镁(4.1)。

5.1.2 石英管 8:内装高氯酸镁(4.1)。

5.1.3 石英管 9:内装玻璃棉(4.3)。

5.2 气源

5.2.1 载气系统:包括氧气容器、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.2.2 动力气源系统:包括动力气(4.8)、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

5.4 控制系统

5.4.1 微处理机系统包括中央处理机、存贮器、键盘输入设备、信息中心显示屏及分析结果打印机等。

5.4.2 控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

5.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量不大于 0.001 g)、红外线分析器及电子测量元件组成。

6 取制样

按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样。试样应全部通过 0.125 mm 筛孔,并在干燥箱内于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下烘 1 h ,放入干燥器内冷却至室温待用。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 $0.20\text{ g} \sim 0.25\text{ g}$ 试料,准确至 0.001 g 。

7.2 空白试验

称取 0.200 g 钢铁标准样品 [$w(\text{S}) \leq 0.005\text{ }0\%$] 置于预先盛有 $0.500\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$ 锡粒(4.6)和 $0.600\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$ 纯铁(4.5)的坩埚(4.9)内,覆盖 $1.350\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$ 钨粒(4.4),于同一通道,按 7.5 进

行测定。重复足够次数,直至得到比较一致的读数,减去标准标样品的硫含量值即为空白值。记录最小的三次空白值,计算平均值。参考仪器说明书,将平均值输入到分析仪中,则仪器在测定试样时会自动扣除空白值。

7.3 分析准备

按仪器使用说明书调试检查仪器,使之处于正常稳定状态,并选择设置最佳分析条件。

7.3.1 应用标准试样及助熔剂按 7.5.1 和 7.5.2 做两次试测以确定仪器是否正常。

7.3.2 称取 0.200 g 硫的质量分数为 0.002 5%左右的标准试样若干份,按 7.5 进行测定,其结果波动应在±0.000 3%范围内,否则,应按仪器要求调节仪器的灵敏度。

7.4 校正试验

7.4.1 根据待测试样的硫含量,选择相应的通道,并选择三个同类型标准样品(待测试样硫含量应落在所选三个标准样品硫含量的范围内)。依次进行校正,测得结果的波动应在允许差范围内,以确定系统的线性,否则,应按仪器说明书调节系统的线性。

7.4.2 当分析条件变化时,如仪器尚未预热到 1 h,氧气源、坩埚或者助熔剂的空白值已发生改变时,都要求重新测定空白并校正。

7.5 测定

7.5.1 按待测试样的含硫量范围,分别选择仪器的最佳分析条件;如仪器的燃烧积分时间、比较水平的设置等。

7.5.2 将称取的试料(7.1)置于预先盛有 0.500 g 锡粒(4.6)和 0.600 g 纯铁(4.5)的坩埚(4.9)内,覆盖 1.35 g 钨粒(4.4),钳取坩埚放到炉台坩埚座上,按仪器说明书操作,开始分析并读取结果。

8 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

硫的质量分数	允 许 差
0.005~0.015	0.002
>0.015~0.025	0.003
>0.025~0.045	0.004

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试样、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能影响而本标准未包括的操作,或者任选的操作。



中华人民共和国黑色冶金
行 业 标 准
铬矿石化学分析方法

YB/T 191.1~191.7—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 $2\frac{3}{4}$ 字数 65 千字
2002年3月第一版 2002年3月第一次印刷
印数 1—800

*

书号:155066·2-14178 定价 19.00 元
网址 www.bzcbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



YB/T 191.1-2001 H