



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.7—2007

金矿石化学分析方法 第7部分：铁量的测定

Methods for chemical analysis of gold ores —
Part 7: Determination of iron contents

2007-04-27 发布

2007-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 20899《金矿石化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定；
- 第 2 部分：银量的测定；
- 第 3 部分：砷量的测定；
- 第 4 部分：铜量的测定；
- 第 5 部分：铅量的测定；
- 第 6 部分：锌量的测定；
- 第 7 部分：铁量的测定；
- 第 8 部分：硫量的测定；
- 第 9 部分：碳量的测定；
- 第 10 部分：铋量的测定；
- 第 11 部分：砷量和铋量的测定。

本部分为 GB/T 20899 的第 7 部分。

本部分由中华人民共和国国家发展和改革委员会提出。

本部分由长春黄金研究院归口。

本部分由国家金银及制品质量监督检验中心(长春)负责起草。

本部分主要起草人：陈菲菲、黄蕊、陈培军、刘正红、张琦。

金矿石化学分析方法

第7部分:铁量的测定

1 范围

本部分规定了金矿石中铁含量的测定方法。

本部分适用于金矿石中铁含量的测定。测定范围:1.00%~10.00%。

2 方法提要

试料经盐酸、硝酸和硫酸溶解,用氨水沉淀分离干扰元素,在盐酸介质中,用二氯化锡还原三价铁离子为二价,过量的二氯化锡用氯化高汞氧化,在硫酸-磷酸存在下,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

3.5 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 硫酸(1+1)。

3.8 氯化铵。

3.9 洗液:25 g 氯化铵(3.8)以 500 mL 水溶解,加入 20 mL 氨水(3.5),混匀。

3.10 二氯化锡溶液(50 g/L):称取 5 g 二氯化锡溶于 20 mL 热盐酸(3.1)中,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.11 二氯化汞(饱和溶液)。

3.12 硫酸-磷酸混合溶液:在搅拌下将 200 mL 硫酸(3.3)缓慢加入到 500 mL 水中,冷却后加入 300 mL 磷酸(3.4),混匀。

3.13 二苯胺磺酸钠指示剂(5 g/L):称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠,溶于 100 mL 水中,加入二滴硫酸(3.7)混匀,存放于棕色试剂瓶中。

3.14 铁标准溶液:称取 1.429 7 g 三氧化二铁(优级纯)于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.1),盖上表面皿,低温加热溶解完全,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含铁 1.00 mg/mL。

3.15 重铬酸钾标准滴定溶液[$c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.040\ 00\ mol/L$]:

3.15.1 配制:称取 1.961 2 g 重铬酸钾于 250 mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.15.2 标定:移取三份 20 mL 铁标准溶液(3.14)于 250 mL 锥形瓶中,加热至近沸,趁热滴加二氯化锡溶液(3.10)至铁的黄色完全消失并过量 1 滴~2 滴,流水冷却至室温,加入 10 mL 二氯化汞溶液(3.11),放置 2 min~3 min,加入 100 mL 水,20 mL 硫酸-磷酸混合溶液(3.12),加 4 滴二苯胺磺酸钠指示剂(3.13),用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色,即为终点。随同标定做空白试验。

按式(1)计算重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{V_2 \times 0.055\ 85} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_0 ——铁标准溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);

V_1 ——移取铁标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定铁标准溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

0.055 85——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

测定值保留四位有效数字,其极差值不大于 3×10^{-5} mol/L 时,取其平均值。否则重新标定。

4 试样

4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

4.2 试样在 100℃~105℃烘 1 h 后,置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.20 g~0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 400 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.1),盖上表面皿,置于电热板上低温加热数分钟,取下稍冷。加入 5 mL 硝酸(3.2),加热使试料溶解完全,冷却,加 4 mL 硫酸(3.7),继续加热蒸发至冒浓三氧化硫白烟,稍冷。

5.3.2 加入 10 mL 盐酸(3.6)加热使可溶性盐溶解,加入 3 g~4 g 氯化铵(3.8),搅拌,加入 20 mL 氨水(3.5),加入 100 mL 水,加热煮沸,用快速滤纸过滤,用热洗液(3.9)洗涤烧杯和沉淀各四次,再用水各洗一次。

5.3.3 用热盐酸(3.6)溶解沉淀于原烧杯中,然后用热水和盐酸(3.6)交替洗涤滤纸至无黄色,加热至近沸,趁热滴加二氯化锡溶液(3.10)至黄色消失并过量 1 滴~2 滴,流水冷却至室温,加入 10 mL 二氯化汞溶液(3.11),放置 2 min~3 min,加入 100 mL 水,20 mL 硫酸-磷酸混合溶液(3.12),加四滴二苯胺磺酸钠指示剂(3.13),用重铬酸钾标准滴定溶液(3.15)滴定至紫色,即为终点。

6 结果计算

按式(2)计算铁的质量分数:

$$w(\text{Fe}) = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.055\ 85}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$w(\text{Fe})$ ——铁的质量分数,用%表示;

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

0.055 85 ——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。
所得结果表示至两位小数。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 单位为%

铁质量分数	允许差
1.00~2.00	0.10
>2.00~5.00	0.15
>5.00~10.00	0.20

