



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.21—2016  
代替 GB/T 6730.21—1986

---

## 铁矿石 锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法

Iron ores—Determination of manganese content—  
Potassium periodate spectrophotometric method

2016-10-13 发布

2017-09-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十部分：

本部分为 GB/T 6730 的第 21 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6730.21—1986《铁矿石化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量》，本部分与 GB/T 6730.21—1986 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了警告、规范性引用文件、试验报告；
- 修改了制取样要求；
- 修改了锰标准溶液配制；
- 修改了测定次数和称样量的表述；
- 修改了试样分解用酸量；
- 修改了分析结果计算的公式；
- 修改了允许差。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：鞍钢矿业集团、首钢技术研究院、鞍钢股份有限公司、本溪钢铁(集团)有限责任公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：申恒昌、陈志华、高景俊、孙德明、王丹、马彩云、张磊、陈自斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.21—1986。



# 铁矿石 锰含量的测定

## 高碘酸钾分光光度法

**警告——**使用本部分的人员应有正规实验室经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了高碘酸钾分光光度法测定锰含量。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中锰含量的测定。测定范围(质量分数):0.050%~5.00%。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则及极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

### 3 原理

试料用盐酸、硝酸分解,加硫酸蒸发除尽盐酸,过滤,滤液作为主液保存。残渣以氢氟酸处理,焦硫酸钾熔融,与主液合并。于硫酸、磷酸介质中,在加热条件下,用高碘酸钾氧化二价锰为紫红色的高锰酸,以亚硝酸钠还原的同一被测溶液为参比,在波长 530 nm 处,测量其吸光度,借此测定锰含量。

### 4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 焦硫酸钾。

4.2 高碘酸钾。

4.3 盐酸, $\rho=1.19$  g/mL。

4.4 硝酸, $\rho=1.42$  g/mL。

4.5 氢氟酸, $\rho=1.15$  g/mL。

4.6 硫酸,1+1。

4.7 硫酸,1+99。

4.8 硫酸,5+95。

4.9 磷酸,1+1。如果磷酸含还原性物质时,需预先处理,取 100 mL 磷酸( $\rho=1.70\text{ g/mL}$ ),加 5 mL 硝酸(4.4),加热煮沸至平静状态,冷却备用。

4.10 亚硝酸钠溶液,20 g/L。

4.11 脲溶液,20 g/L。

4.12 锰标准溶液

4.12.1 称取 1.000 g 金属锰(纯度 99.9%),加 100 mL 硫酸(4.8),溶解完全后冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 锰。金属锰预先用硫酸(4.7)溶去表面氧化物,用水洗净,再以乙醚或无水乙醇洗涤,自然干燥后使用。

4.12.2 移取 100.00 mL 锰标准溶液(4.12.1),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。或称取 0.287 7 g 高锰酸钾(优级纯),溶于 100 mL 水中,加 4 滴~5 滴硫酸(4.6),混匀。滴加过氧化氢(30%)至高锰酸紫色消失,加热煮沸分解过剩的过氧化氢至无小气泡产生,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100.0  $\mu\text{g}$  锰。

## 5 仪器

实验室常用设备仪器。单标线容量瓶和分度吸量管分别符合 GB/T 12806 和 GB/T 12807 的规定。

## 6 取样和制样

### 6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样,试样粒度应小于 100  $\mu\text{m}$ ,如试样中化合水或易氧化物含量较高时,其粒度应小于 160  $\mu\text{m}$ 。

注:化合水和易氧化物含量高的规定见 GB/T 6730.1。

### 6.2 预干燥试样

充分混匀实验室试样,按 GB/T 6730.1 的规定,在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  温度下干燥试样,于干燥器中冷却至室温备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 测量次数

对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注:“独立”指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本方法中,此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同的操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

### 7.2 试料量

按表 1 称取试料,精确到 0.000 1 g。

表 1 试料量、分取溶液量和比色皿长度

锰含量(质量分数)/%	试料量/g	分取溶液量/mL	比色皿长度/cm
0.050~0.25	0.20	全量	3
0.25~0.50	0.10	全量	3
0.50~2.00	0.20	50.00	3
2.00~3.00	0.20	25.00	2
3.00~5.00	0.10	25.00	2

7.3 空白试验及验证试验

7.3.1 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂需取自同一试剂瓶。

7.3.2 验证试验

随同试料分析进行同类型标准样品。

7.4 测定

7.4.1 试样的分解

将试料(7.2)置于 250 mL 烧杯中,加约 20 mL 盐酸(4.3),低温加热至无剧烈反应,加 5 mL 硝酸(4.4)继续加热溶解并浓缩至 2 mL~3 mL,加 10 mL 硫酸(4.6)于低温缓慢蒸发冒三氧化硫白烟至呈湿盐状,以赶尽盐酸。取下冷却后加水约 30 mL,加热至微沸溶解可溶性盐类,用慢速定量滤纸过滤于 250 mL 烧杯中,用擦棒擦净杯壁,以热硫酸(4.7)洗涤烧杯 3 次~4 次,残渣 5 次~7 次,滤液作为主液保存。

7.4.2 残渣处理

将分解后的残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化,在 800 ℃左右灼烧 10 min~20 min,冷却,加少许水润湿,加 4 滴硫酸(4.6)、5 mL 氢氟酸(4.5),缓慢加热至三氧化硫白烟冒尽。加 3 g 焦硫酸钾(4.1),在 650 ℃左右熔融 5 min~10 min,稍冷,将铂坩埚放入已加热的主液中,浸取熔融物,用水洗出铂坩埚,加热使盐类溶解。

注:含钡或稀土的试样,应继续加热并浓缩至体积约 40 mL~50 mL,使钡及大部分稀土元素生成硫酸盐沉淀,自然冷却后用慢速滤纸过滤,以硫酸(4.7)洗涤。

7.4.3 显色、测量

7.4.3.1 当锰含量小于 0.50%时,蒸发至体积约为 60 mL,按 7.4.3.2 步骤直接显色。锰含量大于 0.50%时,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按表 1 分取部分溶液置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(4.6)(试样含二氧化钛量 15 mg 以上时,加 20 mL)、15 mL 磷酸(4.9),加水至体积约为 80 mL。

7.4.3.2 加 0.3 g 高碘酸钾(4.2),加热至微沸后置于沸水浴上,加盖保温 10 min,取下,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,加 5 滴脲溶液(4.11),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3.3 取以上同一显色溶液两份,按表 1 分别置于同一规格的比色皿内,在其中一个比色皿中预先加

入 1 滴亚硝酸钠溶液(4.10),使高锰酸紫色褪去,以此为参比,于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度,减去随同试样空白的吸光度,从校准曲线上查出相应的锰量。

注:如使用去离子水时,显色后稀释用水及配制脲溶液用水需预先处理;每 1 000 mL 去离子水中加 10 mL 硫酸(4.6),加 1 g 高碘酸钾(4.2),煮沸 10 min,冷至室温后使用。

7.5 校准曲线的绘制

移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,6.00 mL,7.00 mL 锰标准溶液(4.12.2),分别置于一组 250 mL 烧杯中,各加 10 mL 硫酸(4.6)、15 mL 磷酸(4.9),加水使体积约为 80 mL,以下按 7.4.3.2 进行。以试剂空白为参比,于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度,以锰含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

8 结果计算

8.1 锰含量的计算

按式(1)计算试料中的锰含量(质量分数) $w_{Mn}$ ,其数值以百分数表示:

$$w_{Mn} = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m_1$ ——从校准曲线上查得的锰量,单位为微克( $\mu g$ );
- $V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- $m$ ——试料量,单位为克(g);
- $V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

8.2 分析结果的处理

8.2.1 允许差

分析试样的允许差见表 2。

表 2 允许差

锰含量(质量分数)/%	试样允许差/ %
0.050~0.100	0.005
>0.10~0.50	0.01
>0.50~1.00	0.02
>1.00~2.00	0.03
>2.00~4.00	0.05
>4.00~5.00	0.08

8.2.2 分析结果的确定

根据附录 A 的程序,按式(1)计算独立重复测量结果,并与允许差进行比较,来确定分析结果。

8.2.3 最终结果的计算

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果,分析结果按 GB/T 8170 数字修约规则的规定修约

至小数点后第三位。

8.3 氧化物系数

按式(2)计算氧化物含量  $w_{\text{MnO}}(\%)$ ：

$$w_{\text{MnO}} = 1.291\ 2 \times w_{\text{Mn}} \dots\dots\dots (2)$$

9 试验报告

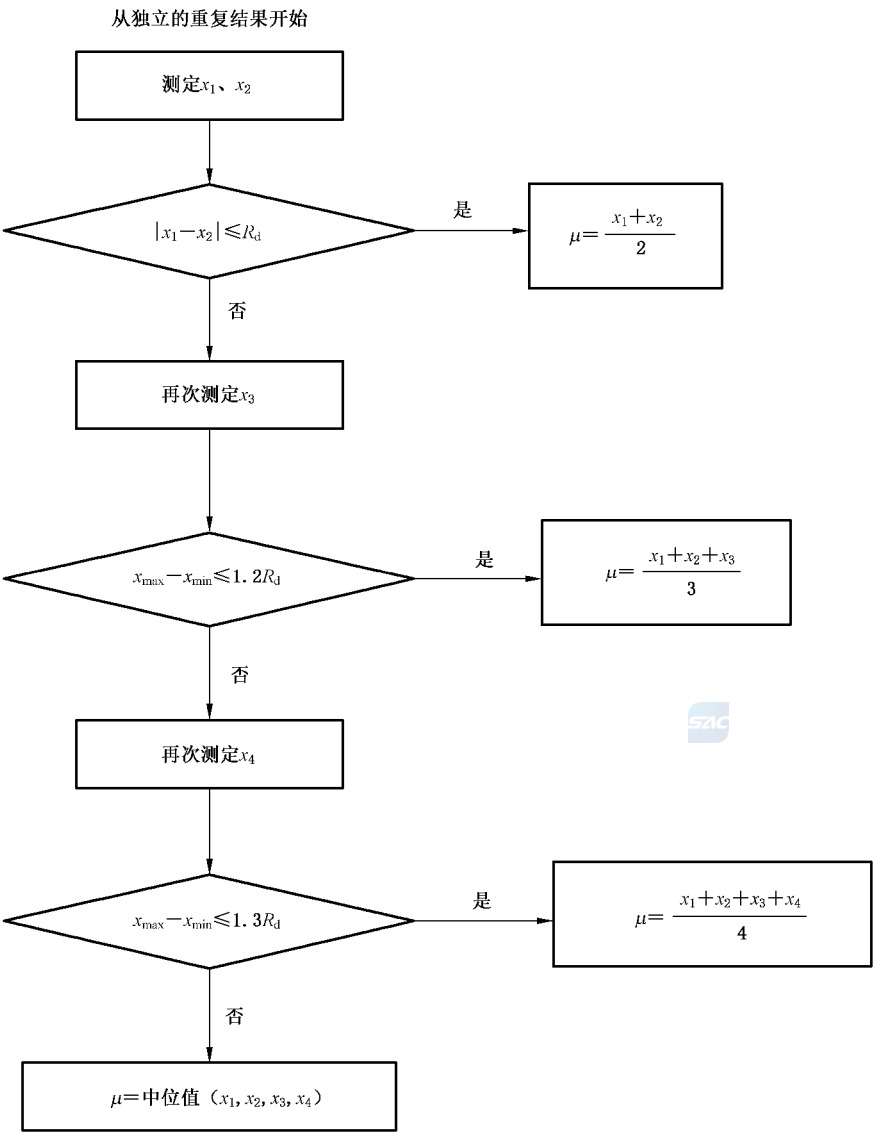
试验报告应包括下列信息：

- a) 测试实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分的编号；
- d) 试样本身必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 测定过程中存在的任何异常特性和在本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。



附录 A  
(规范性附录)  
试样分析值接收程序流程图

图 A.1 规定了试样分析值接收程序。



注： $R_d$  为该含量样品所对应的允许差。

图 A.1 试样分析值接收程序流程图