

碘量法测定铁矿石中全铁及磁性铁的分析方法探讨

张金明, 边朋沙*, 程文翠, 张佳林, 高 璐

(河北省地矿中心实验室, 河北保定 071051)

摘 要:采用碘量法对不同类型铁矿石尤其是常规酸、碱分解方法难以分解完全的矿石中铁的测定进行分析研究, 使用过氧化钠碱熔法测定全铁, 并对传统磁性铁测定方法进行了改进。分析了不同酸度、碘化钾加入量、放置时间对测定结果的影响, 以及干扰元素的影响及去除。实验方法全铁分析时过氧化钠加入量确定为 3.0 g, 磁性铁分析时过氧化氢加入量确定为 1 滴 (300 g/L); 全铁和磁性铁分析反应起始酸度控制在 0.5~1.0 mol/L, 临近终点酸度控制在 pH 值为 3.0~4.0; 碘化钾溶液加入量为 10 mL (250 g/L); 并成功地分离了干扰元素。选取不同类型和含量的铁矿石标准物质和实际样品分别采用实验方法和传统的重铬酸钾无汞滴定法对全铁和磁性铁做方法对比试验, 实验方法的测定结果与认定值或铬酸钾无汞滴定法的测定值基本一致。实验方法全铁测定结果的相对标准偏差 (RSD) 在 0.076%~0.19% 之间, 磁性铁测定结果 RSD 在 0.083%~0.13% 之间, 正确度与精密度均符合 DZ/T 0130—2006 质量管理规范的要求。

关键词:碘量法; 铁矿石; 全铁; 磁性铁

文献标志码: A

文章编号: 1000-7571(2018)02-0076-06

钢铁行业是一种对于国民经济非常重要的基础性行业, 而作为其中主要原料的铁矿石^[1], 需求量也与日俱增, 对于铁矿石的分析也提出了更高的要求。根据铁含量的不同, 铁矿石的分析方法可选择分光光度法、原子吸收光谱法和滴定法等^[2]。对于铁矿石中较高含量的全铁和磁性铁分析, 普遍采用滴定法^[3]。铁的滴定法分析大概分为两种类型: 络合滴定分析法和氧化还原滴定法^[4]。络合滴定分析法以 EDTA 滴定法为代表, 氧化还原滴定法测定铁量以 $K_2Cr_2O_7$ 滴定法为代表^[5]。目前, 科研工作者在努力探究更经济、环保的铁矿石分析方法, 以适应目前铁矿石分析工作的需求^[6-7]。碘量法用于铁矿石中全铁的分析已有报道。这些方法大多采用 HCl- H_2O_2 ^[8]、HCl- HNO_3 - $KClO_3$ - H_2SO_4 ^[9]、HCl-NaF- HNO_3 - H_2SO_4 ^[10]、 H_2SO_4 - H_3PO_4 混酸^[11]等酸溶法溶解矿样。酸溶法快速简便, 适用于氧化铁含量高、酸溶能够分解完全的样品, 但对于一些氧化铁含量较低, 常规酸、碱分解方法难以彻底分解的矿物 (例如钛铁矿等) 分解不够彻底^[12]。此外, 溶矿中如果

采用 NaF 和 H_3PO_4 , 其中的 F^- 和 PO_4^{3-} 对 Fe^{3+} 有络合作用, 干扰 Fe^{3+} 与 I^- 氧化还原反应的进行。在日常地质样品分析中, 面对的大多是结构组成未知的不同类型样品, 为了保证结果的准确可靠, 在实际工作中全铁分析宜采用样品分解更为完全的 Na_2O_2 碱熔法。本文对在 Na_2O_2 碱熔测定全铁的反应条件以及干扰元素的消除等方面做了研究和讨论的基础上, 确定了 Na_2O_2 碱熔测定全铁的反应条件和干扰元素的消除方法。实验以 $(NH_4)_2CO_3$ 代替 $NaHCO_3$ 调节终点酸度, 克服了 $NaHCO_3$ 溶解度小, 加入量大, 从而造成溶液易溅失的缺陷。此外, 目前对于碘量法测定磁性铁报道较少, 本文对碘量法测定磁性铁进行了讨论, 建立了 HCl 酸溶- H_2O_2 氧化碘量法测定磁性铁的方法。

1 实验部分

1.1 主要试剂

Na_2O_2 ; H_2O_2 : 300 g/L; HCl; KI 溶液: 250 g/L; $(NH_4)_2CO_3$ 溶液: 150 g/L; 淀粉溶液: 5 g/L; $Na_2S_2O_3$

收稿日期: 2017-05-31

作者简介: 张金明 (1981—), 男, 工程师, 学士, 研究方向为常量分析; E-mail: 50593561@qq.com

* 通讯联系人: 边朋沙 (1985—), 女, 工程师, 硕士, 研究方向为微量分析、光谱分析、污水处理等; E-mail: 244151903@qq.com

标准溶液: 0.05 mol/L。

1.2 实验方法

1.2.1 铁矿石中全铁的测定

称取 0.2000~0.5000 g 试样于铺有一层无水 Na_2CO_3 的高铝坩埚中, 加入 3 g Na_2O_2 , 搅匀, 再覆盖一层 Na_2O_2 。放入已升温到 700 °C 的马弗炉中, 于此温度熔融 10 min。取出坩埚冷却, 将坩埚放入 250 mL 烧杯中, 向烧杯中加入 50 mL 热水, 15 mL HCl, 提出坩埚。将烧杯置于高温电热板煮沸数分钟赶走 H_2O_2 , 冲洗杯壁, 补加 10 mL HCl, 用水稀释至 100 mL, 在水槽中冷至室温。向烧杯中加入 10 mL 250 g/L KI 溶液, 搅拌后放置 1~2 min, 用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至溶液由暗红色变为黄色, 加入 10 mL 150 g/L $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液, 2 mL 5 g/L 淀粉溶液, 继续滴定溶液蓝色消失即为终点。

1.2.2 铁矿石中磁性铁的测定

称取 0.2000~0.5000 g 试样于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 水, 将磁场强度为 600~800 Oe 的饼型磁铁放在烧杯底部, 用水将烧杯中的非磁性试样冲到 150 mL 烧杯中, 反复数次, 直到将非磁性试样完全冲净。然后将该磁铁放在上述 150 mL 烧杯底部, 用水将烧杯中的非磁性试样冲洗干净弃掉, 将残余的磁性铁合并至原来的 250 mL 烧杯中。向烧杯中加入 15 mL HCl, 1 滴 300 g/L H_2O_2 , 溶液于电热板上煮沸 5 min, 使磁性铁溶解并赶净过量的 H_2O_2 。取下补加 5 mL HCl, 用水稀释至 100 mL, 冷却至室温。向溶液中加入 10 mL 250 g/L KI 溶液, 搅拌后放置 1~2 min, 用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至溶液由暗红色变为黄色, 向溶液中加入 10 mL 150 g/L $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液, 2 mL 5 g/L 淀粉溶液, 继续滴定溶液至蓝色消失即为终点。

2 结果与讨论

2.1 溶矿方法

铁矿石中全铁的溶矿方法主要有酸溶法和 Na_2O_2 碱熔法。酸溶法操作虽然简便快速, 但溶矿效果不如 Na_2O_2 碱熔法彻底^[13], 如有酸溶难以分解的矿样还需过滤、灰化, 再 Na_2O_2 碱熔, 操作更为繁琐^[14]。因此本法使用 Na_2O_2 碱熔法测定全铁。称取 0.3 g 铁矿石物相成分分析标准物质 GBW07275 ($w(\text{TFe}) = 26.90\%$), 分别加入 0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、4.0、5.0 g Na_2O_2 熔解试样, 测定全铁。实验表明, Na_2O_2 加入量低于 1.0 g, 试样未熔融; Na_2O_2 加入量在 1.0~2.0 g, 试样虽已熔融,

但并不完全, 酸化后有不溶的残渣, 结果明显偏低; Na_2O_2 加入量大于 4.0 g, 试样虽然完全熔解, 但由于酸化后产生的 H_2O_2 过多, 需要长时间煮沸才能除尽, 否则结果偏高。综合上述实验结果, 本方法确定 Na_2O_2 加入量为 3.0 g。

铁矿石中磁性铁分析, 传统方法是 HCl 酸溶, 但是由于 HCl 并不能将矿样中的 Fe^{2+} 转化为 Fe^{3+} , 因此分析结果明显偏低。实验证明, 在溶矿时滴加 1 滴 300 g/L H_2O_2 , 即可将 Fe^{2+} 全部转化为 Fe^{3+} (表 1)。然后通过煮沸, 将多余的 H_2O_2 除去。

表 1 未滴加 H_2O_2 和滴加 1 滴 H_2O_2 的
磁性铁结果对比

Table 1 Comparison of results for the magnetic iron cases with and without hydrogen peroxide added

| 标准物质 Standard material | 认定值 Certified | 测定值 Found | |
|------------------------------|------------------|--|--|
| | | 加 1 滴 H_2O_2 With one drop of H_2O_2 | 不加 H_2O_2 Without H_2O_2 |
| GBW07271 | 10.00 | 10.15 | 6.83 |
| GBW07272 | 46.90 | 47.05 | 32.96 |
| GBW07273 | 30.00 | 30.36 | 21.36 |
| GBW07275 | 18.50 | 18.65 | 13.55 |
| GBW07276 | 33.80 | 33.61 | 23.31 |

2.2 酸度试验

研究证明, 不论是测定全铁还是磁性铁, 酸度对于本实验的进行, 都有着至关重要的影响。试验发现, 酸度比较低时, Fe^{3+} 与 I^- 间的氧化还原反应不能进行完全, 结果明显偏低; 酸度过高时, 由于被 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 还原的 I^- 在高酸度下被空气中的氧气氧化, 有返色现象, 终点不稳定, 结果明显偏高。基于上述原因, 在反应最初阶段, 溶液体系应保持较高酸度, 以保证 Fe^{3+} 与 I^- 间的氧化还原反应完全。在临近滴定终点时, 通过加入弱碱性溶液, 将溶液体系的酸度降到较低水平, 以保持终点的稳定。有文献介绍, 可向溶液中加入适量 NaHCO_3 , 以控制临近反应终点的酸度, 保持终点稳定^[11]。经实践发现, NaHCO_3 溶解度较小, 若要达到理想的酸度, 需要向溶液中加入 50 mL 50 g/L NaHCO_3 溶液, 溶液体积过大, 加之中和反应剧烈, 产生的大量 CO_2 气泡容易造成溶液溅出损失, 影响实验结果。因此, 本方法改用溶解度较大的 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 来调节酸度。经过试验, 对于全铁分析, 反应前补加 10 mL HCl (此

时溶液酸度约为 0.5~1.0 mol/L), 临近终点加 10 mL 150 g/L (NH₄)₂CO₃ 溶液(此时溶液 pH 值约为 3.0~4.0)即可使氧化还原反应进行完全, 并且终点保持稳定。磁性铁分析中, 由于没有碱性物质消耗 HCl, 因此溶矿后补加 5 mL HCl, 即可达到 Fe³⁺ 与 I⁻ 间氧化还原反应完全所需酸度, 临近终点时的酸度控制可参照全铁。

2.3 碘化钾加入量

为了保证反应的进行, 全铁和磁性铁的测定, KI 都需要过量加入。本方法以全铁为例试验不同 KI 加入量对测定结果的影响。称取 0.2000 g 球团矿国家标准物质 GBW07220a ($w(\text{TFe}) = 65.58\%$), 分别在加入 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 g KI 固体的情况下测定全铁。试验发现, 加入的 KI 过少时, 由于 Fe³⁺ 与 I⁻ 反应不完全, 结果明显偏低, 返色严重; 对于一般的铁矿样品, 加入 2.5 g KI 即可保证反应进行完全(表 2)。磁性铁测定中 KI 的加入量可参照全铁。本方法为了操作方便, 将 KI 配制成 250 g/L 的溶液, 加入 10 mL 即可。

表 2 KI 用量对全铁测定结果的影响

Table 2 Influence of the amount of potassium iodide (KI) on the measurement results

| 碘化钾用量 Amount of KI/g | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 2.0 | 2.5 | 3.0 |
|-------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-------|-------|-------|
| 测定值 Found $w/\%$ | 53.67 ^a | 60.78 ^b | 63.02 ^c | 64.78 | 65.18 | 65.32 |

注: a. 溶液黄色, 返色; b. 溶液黄色, 返色; c. 溶液黄绿色, 返色。

有文献指出, 在全铁和磁性铁测定中, KI 加入后不宜久置, 否则会因 I⁻ 被空气中的 O₂ 氧化而使结果偏高^[11]。称取 GBW07275 标准物质 ($w(\text{TFe}) = 26.90\%$), 加入 KI 溶液后分别放置不同时间后滴定。在本反应条件下, 加入 KI 溶液后立即滴定, 测定结果有所偏低, 而且终点有返色现象, 说明 Fe³⁺ 与 I⁻ 反应没有完全; 放置 1~10 min, 结果很稳定; 超过 30 min, 测定结果有所偏低(表 3)。因此, 本方法在加入 KI 溶液后, 放置 1~2 min 再滴定。磁性铁测定时 KI 溶液加入后放置时间参照全铁。

2.4 干扰元素

本方法的干扰元素主要为可与 I⁻ 发生氧化还原反应的多价态元素, 主要有 Mn(VI)、Cr(VI)、As(V)、Sb(VI)、Sn(IV)、V(V)、Cu(II) 等。Mn 虽然在熔矿时氧化成 Mn(VI), 但实验证明对全铁的测定并不产生干扰, 其原因是 Mn 在 HCl 介质中以

表 3 放置时间对全铁测定结果的影响

Table 3 Influence of standing time on the determination results

| 放置时间 Standing time/min | 0 | 1 | 3 | 5 | 10 | 30 | 120 |
|---------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 测定结果 Found $w/\%$ | 25.88 | 26.83 | 26.83 | 26.97 | 27.10 | 26.43 | 26.02 |

Mn(II) 存在, 不干扰全铁的测定。若试样中含有 Cr、As、Sb、Sn、V 等元素, 在熔矿过程中被 Na₂O₂ 氧化成 Cr(VI)、As(V)、Sb(VI)、Sn(IV)、V(V), 对全铁的测定产生干扰, 应予以分离。分离方法为热水提出坩埚后, 煮沸赶尽 H₂O₂, 过滤, 上述元素进入溶液, 从而与留在沉淀中的 Fe 分离, 再用 HCl 溶解沉淀, 进行全铁的测定。若试样中含有 Cu, 在熔矿过程中被 Na₂O₂ 氧化成 Cu(II), 对全铁的测定产生干扰, 应予以分离。分离方法为热水提出坩埚后, HCl 酸化, 煮沸赶尽 H₂O₂, 加入 NH₄OH 溶液直至出现红褐色 Fe(OH)₃ 沉淀再过量 5 mL, 过滤, Cu(II) 进入溶液, 从而与留在沉淀中的 Fe 分离, 再用 HCl 溶解沉淀, 进行全铁的测定。

对于磁性铁分析, 由于在磁选过程中已经将上述干扰元素与磁性铁分离, 故上述元素对磁性铁的测定不存在干扰。

3 结果与分析

3.1 方法对比及实际样品验证

选取不同类型和含量的标准物质和样品分别采用传统的 K₂Cr₂O₇ 无汞滴定法和本法对全铁和磁性铁做方法对比试验, 本方法与传统 K₂Cr₂O₇ 滴定法测定的结果基本一致, 满足分析要求, 见表 4 和表 5。

表 4 全铁不同测定方法结果对比

Table 4 Comparison of results using different methods to measure total iron

| 样品名称 Sample name | K ₂ Cr ₂ O ₇ 滴定法 K ₂ Cr ₂ O ₇ titration | 碘量法 Iodometry | 认定值 Certified |
|---------------------|--|------------------|------------------|
| GSR-3 玄武岩 | 9.45 | 9.41 | 9.37 |
| GBW07275 铁矿石 | 26.78 | 26.83 | 26.90 |
| GBW07274 铁矿石 | 48.80 | 48.73 | 48.76 |
| GBW07218a 赤铁矿 | 64.77 | 64.86 | 64.90 |
| GBW07220a 球团铁矿 | 65.43 | 65.32 | 65.58 |
| 168264 磁铁矿 | 6.91 | 7.01 | |
| 168267 磁铁矿 | 16.41 | 16.54 | |
| 168274 磁铁矿 | 17.52 | 17.49 | |
| HST-409 钛磁铁矿 | 44.61 | 44.53 | |
| HST412 钛磁铁矿 | 54.20 | 54.22 | |

表 5 磁性铁不同测定方法结果对比

Table 5 The comparison of results using different methods to measure magnetic iron $w/\%$

| 样品名称 Sample name | $K_2Cr_2O_7$ 滴定法 $K_2Cr_2O_7$ titration | 碘量法 Iodometry | 认定值 Certified |
|---------------------|--|------------------|------------------|
| GBW07272 铁矿石 | 46.85 | 46.61 | 46.90 |
| GBW07273 铁矿石 | 29.78 | 29.83 | 30.00 |
| GBW07275 铁矿石 | 18.69 | 18.58 | 18.50 |
| GBW07276 铁矿石 | 33.80 | 33.73 | 33.80 |
| 166675 磁铁矿 | 7.32 | 7.23 | |
| 166681 磁铁矿 | 11.53 | 11.56 | |
| 166684 磁铁矿 | 5.92 | 5.87 | |
| HST-409 钛磁铁矿 | 37.72 | 37.94 | |
| HST-411 钛磁铁矿 | 46.04 | 46.08 | |
| HST-412 钛磁铁矿 | 47.30 | 47.62 | |

3.2 方法正确度与精密度

选取不同类型和含量的标准物质, 采用本方法分别对全铁和磁性铁进行 12 次平行测定, 见表 6 和表 7。由结果可以看出, 本方法的正确度与精密度与国家标准方法 GB/T 6730—2007 相比无显著差异, 符合 DZ/T 0130—2006 质量管理规范的要求^[15]。

4 结语

本方法容易操作, 适用于各种类型矿石, 尤其是酸溶难以分解完全的矿物中全铁及磁性铁分析, 正确度与精密度均满足质量管理规范的要求。本方法未使用对人体和环境有损害的有毒试剂, 能够满足

表 6 全铁精密度试验

Table 6 Precision results for total iron

| 样品 Sample | 测定值 Found $w/\%$ | 认定值 Certified $w/\%$ | 平均值 Average $w/\%$ | 相对标准偏差 RSD/ $\%$ |
|--------------|--|-------------------------|-----------------------|---------------------|
| GSR-3 | 9.44, 9.44, 9.31, 9.40, 9.40, 9.22, 9.40 | 9.37 | 9.35 | 0.076 |
| | 9.40, 9.31, 9.22, 9.35, 9.35 | | | |
| GBW07275 | 26.70, 26.83, 26.97, 26.97, 26.97, 26.97 | 26.90 | 26.92 | 0.15 |
| | 27.17, 27.10, 26.97, 26.97, 26.70, 26.70 | | | |
| GBW07271 | 44.99, 44.59, 44.99, 44.65, 44.72, 44.45 | 44.67 | 44.65 | 0.19 |
| | 44.72, 44.45, 44.45, 44.45, 44.72, 44.59 | | | |
| GBW07218a | 64.78, 65.05, 64.78, 64.78, 64.78, 64.78 | 64.90 | 64.87 | 0.15 |
| | 64.78, 65.05, 65.19, 64.78, 64.91, 64.78 | | | |

表 7 磁性铁精密度试验

Table 7 Precision results for magnetic iron

| 样品 Sample | 测定值 Found $w/\%$ | 认定值 Certified $w/\%$ | 平均值 Average $w/\%$ | 相对标准偏差 RSD/ $\%$ |
|--------------|--|-------------------------|-----------------------|---------------------|
| GBW07272 | 46.75, 46.82, 47.03, 46.82, 46.89, 47.03 | 46.90 | 46.87 | 0.11 |
| | 46.75, 46.89, 46.89, 46.82, 47.03, 46.75 | | | |
| GBW07273 | 29.81, 29.95, 29.95, 30.22, 30.02, 30.02 | 30.00 | 29.97 | 0.12 |
| | 29.81, 29.88, 30.09, 29.95, 30.02, 29.88 | | | |
| GBW07275 | 18.57, 18.43, 18.63, 18.50, 18.50, 18.43 | 18.50 | 18.52 | 0.083 |
| | 18.43, 18.43, 18.57, 18.63, 18.63, 18.50 | | | |
| GBW07276 | 33.88, 33.74, 33.95, 33.88, 33.88, 33.74 | 33.80 | 33.81 | 0.13 |
| | 33.95, 33.61, 33.74, 33.95, 33.61, 33.74 | | | |

日常工作中铁的大批量分析的需求, 具有较大的推广使用价值。

参考文献:

[1] 鲍惠君, 付冉冉, 张爱珍. FAAS 连续测定进口铁矿中的钾钠铜锌铅[J]. 金属矿山, 2008(5): 76-77.
BAO Hui-jun, FU Ran-ran, ZHANG Ai-zhen. FAAS continuous measurement of potassium, sodinm, copper, zinc

and lead in imported iron ore[J]. Metal Mine, 2008(5): 76-77.

[2] 陶俊, 王素萍. ICP-AES 测定铁矿石中多元素的研究[J]. 云南化工, 2004, 31(2): 36-38.
TAO Jun, WANG Su-ping. Determination of multi-elements from iron ore by ICP-AES[J]. Yunnan Chemical Technology, 2004, 31(2): 36-38.
[3] 赵雷, 邱会东. 铁矿石中全铁分析方法研究现状[J]. 重庆科技学院学报, 2010, 12(3): 83-84.

- ZHAO Lei, QIU Hui-dong. Research status of the total iron analysis method in iron ores[J]. *Journal of Chongqing University of Science and Technology: Natural Science Edition*, 2010, 12(3): 83-84.
- [4] 《岩石矿物分析》编写组. 岩石矿物分析[M]. 4版. 北京: 地质出版社, 2011: 685-693, 738-740.
- [5] 凌昌都. 测定铁矿石中全铁含量方法的改进[J]. *化工时刊*, 2006(6): 35-36.
- LING Chang-du. Improvement of method for determining total iron content in iron ores[J]. *Technology Testing*, 2006(6): 35-36.
- [6] 薛明浩, 王俊秀, 张小燕. 测定铁矿石中 TFe 的重铬酸钾滴定法改进实验[J]. *山东冶金*, 2009, 31(2): 49-50.
- XUE Ming-hao, WANG Jun-xiu, ZHANG Xiao-yan. Improving experiment of the determination of total iron in iron ore by potassium dichromate titration method[J]. *Shandong Metallurgy*, 2009, 31(2): 49-50.
- [7] 应海松, 王艳, 廖海平. 微波溶样-自动电位滴定法测定铁矿石中全铁量[J]. *岩矿测试*, 2007(5): 413-415.
- YING Hai-song, WANG Yan, LIAO Hai-ping. Determination of total iron in iron ores by automatic potentiometric titrimetry with microwave digestion sample treatment[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2007(5): 413-415.
- [8] 丁慧, 于玥, 王巧玲. 碘量法测定进口蒙古铁矿石中全铁[J]. *冶金分析*, 2009, 29(12): 73-77.
- DING Hui, YU Yue, WANG Qiao-ling. Determination of total iron in imported Mongolian iron ore by iodometry[J]. *Metallurgical Analysis*, 2009, 29(12): 73-77.
- [9] 袁敬华, 李俊飞, 于莹莹. 碘量法测定金矿石中全铁的研究与应用[J]. *中国矿山工程*, 2012, 41(4): 18-20.
- YUAN Jing-hua, LI Jun-fei, YU Ying-ying. Study and application of iodometric method in determining the total iron of gold-bearing ore[J]. *China Mine Engineering*, 2012, 41(4): 18-20.
- [10] 赵树宝. 碘量法快速测定铁矿石中的铜和铁[J]. *福建分析测试*, 2008, 17(4): 44-47.
- ZHAO Shu-bao. Rapid determination of copper and iron in the iron ore by iodometry[J]. *Fujian Analysis & Testing*, 2008, 17(4): 44-47.
- [11] 庄丽英, 张茂棠. 用改进的碘量法测定铁[J]. *冶金分析 (Metallurgical Analysis)*, 1982, 2(3): 1-2.
- [12] 江波. 碘量法测定 EDTA 铁碘盐的铁含量[J]. *中国矿盐*, 2007, 38(1): 45-47.
- JIANG Bo. Determination of iron in NaFe EDTA with iodimetry[J]. *China Well and Rock Salt*, 2007, 38(1): 45-47.
- [13] 郑国经. 铁矿石化学分析方法标准及实验室能力验证[J]. *冶金分析*, 2015, 35(2): 37-44.
- ZHENG Guo-jing. Chemical analysis method standards and proficiency testing of laboratory for iron ore[J]. *Metallurgical Analysis*, 2015, 35(2): 37-44.
- [14] 王海舟. 铁矿石分析[M]. 北京: 科学出版社, 2000: 170-179, 204-215, 218-221.
- [15] 中华人民共和国国土资源部. DZ/T 0130—2006 地质矿产实验室测试质量管理规范 第 3 部份: 岩石矿物样品化学成分分析[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.

Discussion on the analysis method of total iron and magnetic iron in iron ore by iodometry

ZHANG Jin-ming, BIAN Peng-sha*, CHENG Wen-cui, ZHANG Jia-lin, GAO Lu
(The Geoanalytical Laboratory of Hebei, Baoding 071051, China)

Abstract: The determination of iron in iron ores (especially the ores which were hardly decomposed completely by conventional acid and base decomposition method) by iodometry was analyzed and studied. Total iron was determined using sodium peroxide alkali fusion method. Moreover, the traditional determination method of magnetic iron was modified. The effect of acidity, addition amount of potassium iodide and placing time on the determination results was investigated. The influence and elimination method of interference elements were studied. For the analysis of total iron in experiments, the addition amount of sodium peroxide was 3.0 g. For the analysis of magnetic iron, the addition amount of hydrogen peroxide solution (300 g/L) was one drop. The initial acidity was controlled at 0.5-1.0 mol/L for the analysis of total iron and magnetic iron. The pH was controlled at about 3.0-4.0 near the endpoint of reaction. The addition amount of potassium iodide solution (250 g/L) was 10 mL. The interference elements were successfully separated. The content of total iron and magnetic iron in certified reference materials and actual samples of

iron ore with different types and contents were determined using the experimental method and traditional potassium dichromate mercury-free titration for comparison. The found results of experimental method were basically consistent with the certified values or those obtained by potassium dichromate mercury-free titration method. The relative standard deviations (RSD) of determination results of total iron and magnetic iron were 0.076%-0.19% and 0.083%-0.13%, respectively. Both correctness and precision could meet the requirements of quality management standard in DZ/T 0130-2006.

Key words: iodometry; iron ore; total iron; magnetic iron

《分析测试统计方法和质量控制》书讯

由武钢研究院曹宏燕等编著《分析测试统计方法和质量控制》于2017年1月由化学工业出版社出版,全书七十三万字,分十三章。中国工程院王海舟院士、清华大学邓勃教授为本书联袂作序。

本书介绍了分析测试及其试验研究中常用的数理统计方法,包括误差和误差的分布、统计检验、方差分析、正交设计、回归分析等统计方法的理论与实践;本书紧密结合国际标准(ISO)、国家标准(GB)及中国合格评定国家认可委员会(CNAS)等有关实验室管理规范、标准和认可要求,阐述了实验室协同试验和管理中测量结果准确度试验和应用、能力验证及其稳健统计、测量不确定度评定、标准物质研制及其应用、分析方法的评价及分析结果的表示、实验室认可、质量控制图中相关的数理统计方法和质量控制措施,以保证分析实践中分析人员间、实验室间的分析结果的可靠性、可比性和溯源性;本书还简要介绍了分析测试文献资源和检索方法、测试数据的统计处理软件应用等实用性内容。本书以较多实例解读数理统计方法在分析实践及实验室管理规范中的应用,并对其进行细致的分析和讨论;书后附有常用分析测试统计用表。

本书紧密结合分析测试实践和实验室内和实验室间的质量和技术管理,丰富翔实,实践性、可读性强,可供各行业从事分析测试、分析试验研究人员和实验室管理人员阅读,亦可供大专院校相关专业师生参考。

本书十三章的具体章节为:1 分析测试中的误差和误差分布;2 测量值的统计检验;3 方差分析;4 回归分析;5 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)试验及应用;6 测量不确定度及其评定;7 能力验证及其统计方法;8 分析方法的评价与分析结果的表示;9 标准物质及其研制中的统计方法;10 实验室认可;11 分析测试中的质量控制图;12 分析测试文献资源和检索方法;13 分析测试中统计软件应用简介;附录:分析测试统计用表。

本书16开本,464页,书号:ISBN 978-7-122-27707-7,定价98元。读者可通过当当网(<http://www.dangdang.com>),京东网(www.jd.com),化学工业出版社网站(www.cip.com.cn)及其天猫旗舰店(hxgycbs.tmall.com)查询、购买,购书热线:(010)64518888,64519686(传真)。本书详细信息(内容提要、前言、目录、读者对象、购买等)可在化学工业出版社网站查询。