



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.11—2007
代替 GB/T 6730.11—1986

铁矿石 铝含量的测定 EDTA 滴定法

Iron ores—Determination of aluminium content—
EDTA titrimetric method

(ISO 6830:1986, MOD)

2007-08-14 发布

2008-03-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铁 矿 石 铝 含 量 的 测 定
EDTA 滴 定 法

GB/T 6730.11—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年11月第一版

*

书号:155066·1-30174

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

GB/T 6730 的本部分修改采用 ISO 6830:1986《铁矿石 铝量的测定 络合滴定法》，本部分与 ISO 6830:1986 比较，主要作了如下修改：

- 在“2 规范性引用文件”中用我国标准代替对应的国际标准；
- ISO 6830:1986 的 4.17“锌标准溶液”用金属锌配制，浓度 0.010 00 mol/L，本部分修改为用氧化锌配制，浓度修改为 0.020 00 mol/L 或 0.010 00 mol/L；
- ISO 6830:1986 的 7.5.1“试样的分解”，采用碳酸钠于玻璃碳坩埚或锆坩埚中熔融分解试样。本部分修改为试样用盐酸、硝酸、高氯酸分解，过滤；残渣用氢氟酸蒸发除去硅后，用焦硫酸钾熔融，盐酸提取，与滤液合并；
- ISO 6830:1986 的 7.5.2“分离干扰元素”，采用氨水沉淀 R_2O_3 以及铜铁试剂和三氯甲烷萃取分离干扰元素。本部分针对我国含稀土元素铁矿，在以上两分离步骤之后，增加了强碱分离以消除稀土元素的干扰。该修改只针对含稀土元素铁矿；
- ISO 6830:1986 的 7.5.3“滴定”，采用氟化铵置换同铝络合的 EDTA。本部分修改为用氟化钠置换同铝络合的 EDTA；此外，在调整酸度方式、醋酸盐缓冲液用量、加入次序以及络合和置换时的煮沸时间上，本部分也做了部分改动。

本部分代替 GB/T 6730.11—1986《铁矿石化学分析方法 氟盐取代络合容量法测定铝量》。本部分与 GB/T 6730.11—1986 相比，主要变化如下：

- GB/T 6730.11—1986 的 4.5.2“分离”，采用“甲基异丁酮萃取分离”、“六次甲基四胺分离”和“强碱分离”等三个步骤分离干扰元素。本部分修改为普通铁矿采用“氨水分离”和“铜铁试剂萃取分离”两个步骤分离干扰元素；含稀土元素铁矿则增加“强碱分离”；
- GB/T 6730.11—1986 的 4.2“试样量”，称取 1 g 或 0.5 g 试样。本部分修改为称取 0.3 g 或 0.2 g 试样；
- GB/T 6730.11—1986 的 4.5.3“滴定”，从 250 mL 碱性溶液中分取 100 mL 试液进行滴定。本部分修改为全量滴定（含稀土元素铁矿除外）。

本部分的附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分主要起草单位：中钢集团马鞍山矿山研究院。

本部分主要起草人：张念慈、华绍广。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.11—1986。

铁矿石 铝含量的测定

EDTA 滴定法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。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 的本部分规定了用 EDTA 滴定法测定铝含量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铝含量的测定;测定范围(质量分数): 0.25%~5.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6730 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规范和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3697:1987)

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备(GB/T 6730.1—1986, eqv ISO 7764:1985)

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法(GB/T 10322.1—2000, idt ISO 3082:1998)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单刻线容量瓶(GB/T 12806—1991, neq ISO 1042:1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单刻线移液管(GB/T 12808—1991, neq ISO 648:1977)

3 原理

试样用盐酸、硝酸、高氯酸分解,过滤。残渣用氢氟酸蒸发除去硅后,用焦硫酸钾熔融,盐酸提取,与滤液合并。然后用氨水沉淀 R_2O_3 , 过滤,将铝、铁、钛等其他元素分离。用盐酸溶解氢氧化物,再用铜铁试剂和三氯甲烷萃取铁钛等元素,铝保留在水相。水相经硝酸和高氯酸处理并蒸干,用盐酸溶解,加水稀释。在溶液中加入过量的 EDTA 络合铝,再以二甲酚橙作指示剂用锌标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。然后用氟化钠置换同铝络合的 EDTA,再用锌标准滴定溶液滴定置换出来的 EDTA。

4 试剂

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,符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 焦硫酸钾。

4.2 盐酸, $\rho 1.19$ g/mL。

4.3 盐酸, 1+1。

4.4 盐酸, 5+95。

4.5 硝酸, $\rho 1.42$ g/mL。

4.6 高氯酸, $\rho 1.67$ g/mL。

4.7 氢氟酸, $\rho 1.15$ g/mL。