



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.12—2016  
代替 GB/T 6730.12—1986

---

## 铁矿石 铝含量的测定 铬天青 S 分 光光度法

Iron ores—Determination of aluminum content—  
Chrome azurol S spectrophotometric method

2016-12-13 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》分为几十个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 12 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 6730.12—1986《铁矿石化学分析方法 铬天青 S 光度法测定铝量》。本部分与 GB/T 6730.12—1986 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 将标准名称改为《铁矿石 铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法》;
- 增加了警告、规范性引用文件、试验报告等内容;
- 将萃取分离修改为锌-EDTA 掩蔽;
- 将测量范围由 0.050%~0.50% 扩展为 0.050%~2.50%;
- 采用“差减法”进行校正指示剂和空白;
- 进行了实验室间精密度共同试验,用统计得到的重复性限  $r$  和再现性限  $R$  代替了“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:武汉钢铁(集团)公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:郭芳、沈克、吕琦、李小杰、徐建平、陈自斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6730.12—1986。



# 铁矿石 铝含量的测定 铬天青 S 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 的本部分规定了用铬天青 S 分光光度法测定铝含量。

本部分适用于铁矿石、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):0.050%~2.50%。

## 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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

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 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 8170 数值修约规则与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

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

## 3 原理



试料用混合熔剂熔融,稀盐酸浸取。以锌-EDTA 掩蔽铁、锰等离子,过氧化氢掩蔽钛离子,在 6 次甲基四胺缓冲体系中,铝与铬天青 S 产生紫红色的络合物,于 545 nm 处测量吸光度,以此测定铝的含量。

## 4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂,取 2 份碳酸钠与 1 份硼酸研细混匀。

4.2 高纯三氧化二铁,≥99.95%(质量分数)。

4.3 盐酸,1+5。

4.4 锌-EDTA 溶液,称取 4.20 g 于 815 °C 灼烧过的氧化锌( $\geq 99.95\%$ ),溶于 25 mL 盐酸(1+1)中,用水稀释至 200 mL;另取 18.60 g EDTA 二钠盐(含两个结晶水)于烧杯中,加 200 mL 水,用 20 mL 氨水(1+1)溶解,将两溶液均匀混合,用盐酸(1+1)和氨水(1+1)调节溶液 pH 值为 5~6,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.5 过氧化氢溶液,1+9。

4.6 铬天青 S 溶液,1 g/L。用乙醇(1+9)配制,溶液配制后使用时间不超过一周。

4.7 氟化铵溶液,5 g/L。贮于塑料瓶中。

4.8 六次甲基四胺溶液,250 g/L。贮于塑料瓶中。

4.9 铝标准溶液:

- a) 称取 0.100 0 g 金属铝(含量不低于 99.9 %)于 250 mL 塑料烧杯中,加 50 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),在室温下,自然溶解。加盐酸(1+1)中和至呈酸性后再过量 20 mL,加热至溶液清亮,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 100.0  $\mu\text{g}$  铝。
- b) 移取 20.00 mL 铝标准溶液[见 4.9a)]于 1 000 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(1+1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 2.0  $\mu\text{g}$  铝。

## 5 仪器

分析中,仅用通常的实验室仪器,所用单标线容量瓶、分度吸量管和单标线吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

5.1 铂坩埚,25 mL。

5.2 烧杯,250 mL。

5.3 容量瓶,250 mL。

5.4 容量瓶,50 mL。

5.5 分光光度计,符合 GB/T 7729 的规定。

## 6 取样和制样

### 6.1 实验室试样

分析用实验室样品应按 GB/T 10322.1 进行取样和制备,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 °C  $\pm$  2 °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 测定次数

对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注:“独立”是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。本分析方法中,此条件意味着同一操作

者在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

7.3 空白试验

称取 0.080 g 高纯三氧化二铁(见 4.2),随同试料做空白试验。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

7.5 测定

7.5.1 试料分解

将试料置于预先盛有 3.0 g 混合熔剂(见 4.1)的铂坩埚(见 5.1)中,混匀,再覆盖 1.0 g 混合熔剂(见 4.1)。将铂坩埚置于 950 ℃ 的高温炉中熔融 10 min~15 min,取出,转动铂坩埚,冷却。

用水冲洗铂坩埚外壁,将铂坩埚置于预先盛有 75 mL 盐酸(见 4.3)的 250 mL 烧杯(见 5.2)中,低温加热浸出熔块,用水洗出铂坩埚,低温加热至试液清亮,冷却至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶(见 5.3)中,用水稀释至刻度,混匀。

7.5.2 显色

7.5.2.1 根据试样铝含量,按表 1 分取两份储备液(见 7.5.1)于两个 50 mL 容量瓶(见 5.4)中,一份作显色液,一份作参比液。

注:控制分取试液中铝量在 20 μg 以内。

表 1 试液分取量和试剂用量

铝含量(质量分数)/%	分取储备液量/mL	六次甲基四胺溶液量/mL
0.050~ 0.30	15.00	15
>0.30~ 0.50	10.00	10
>0.50~ 1.00	5.00	5
>1.00 ~ 2.50	2.00	2

7.5.2.2 显色液:加 5 mL 锌-EDTA 溶液(见 4.4),6 滴过氧化氢溶液(见 4.5),混匀,放置 2 min~3 min,准确加入 2.0 mL 铬天青 S 溶液(见 4.6),混匀,按表 1 加入相应体积的六次甲基四胺溶液(见 4.8),以水稀释至刻度,轻轻混匀。放置 20 min。

7.5.2.3 参比液:同 7.5.2.2 操作,在加铬天青 S 溶液(见 4.6)之前加 5 滴氟化铵溶液(见 4.7)。

7.5.3 测量

选择适当吸收皿,于分光光度计(见 5.5)波长 545 nm 处测量显色液的吸光度,在校准曲线上查得相应的铝量。

7.6 校准曲线的绘制

分取与试料溶液同量的铁基空白溶液于一组 50 mL 容量瓶(见 5.4)中作底液,分别加入 0.00 mL、

1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 铝标准溶液[4.9b)],以下按 7.5.2.2 操作;另取一份空白试验溶液按 7.5.2.3 操作制备参比液。并按 7.5.3 测量吸光度。以铝量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

8 分析结果及其表示

8.1 铝含量的计算

按式(1)计算试样中铝含量  $w_{Al}$ ,以质量分数表示:

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

式中:

- $m_1$ ——从校准曲线上查得的铝量,单位为微克( $\mu g$ );
- $V$ ——储备液体积,单位为毫升(mL);
- $m$ ——试料量,单位为克(g);
- $V_1$ ——分取试液相当于储备液的体积,单位为毫升(mL)。

8.2 结果的一般处理

8.2.1 重复性和再现性

本部分的精密度数据是在 2015 年由 8 个实验室、对 5 个水平的铝含量试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铝含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。  
各实验室报出的原始数据(测定结果)参见附录 B。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,所得精密度见表 2。

表 2 精密度

铝含量 $m$ (质量分数)/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
0.050~2.50	$\lg r = 0.783 + \lg m - 1.455$	$R = 0.062 + 0.003 m$

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,并与重复性限  $r$  进行比较,来确定分析结果。

8.2.3 实验室间的精密度

实验室间精密度常用于评价两个实验室报告的最终结果间的一致性。两个实验室分别按照 8.2.2 中规定的程序报告结果后,计算:

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\mu_{12}$ ——最终结果平均值;
  - $\mu_1$ ——实验室 1 报告的最终结果;
  - $\mu_2$ ——实验室 2 报告的最终结果。
- 如果  $|\mu_1 - \mu_2| \leq R$ ,最终结果是一致的。

8.2.4 分析值的验收

分析值的验收使用认证标准样品(CRM)或标准样品(RM)来进行验证,实验室最终结果用来与CRM或RM标准值  $A_c$  比较,将出现两种可能:

- a)  $|\mu_c - A_c| \leq 0.7R$ , 在这种情况下,报告的结果与标准值之间无显著差异;
- b)  $|\mu_c - A_c| > 0.7R$ , 在这种情况下,报告的结果与标准值之间有显著差异。

式中:

$\mu_c$  ——CRM或RM的测量值;  
 $A_c$  ——CRM或RM的标准值。

8.2.5 最终结果的计算

最终结果是试样可接受值的算术平均值,或者是按附录A中规定的操作测得的值。分析结果按GB/T 8170的规定修约,最终结果保留三位有效数字。

8.3 氧化铝含量的计算

按式(3)计算试样中三氧化二铝的含量,以质量分数表示:

$$\omega_{Al_2O_3} = 1.889\ 5\omega_{Al} \dots\dots\dots (3)$$

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本部分编号;
- d) 样品识别必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 结果的测定次数;
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。



附录 A  
(规范性附录)

试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序应符合图 A.1 的流程的规定。

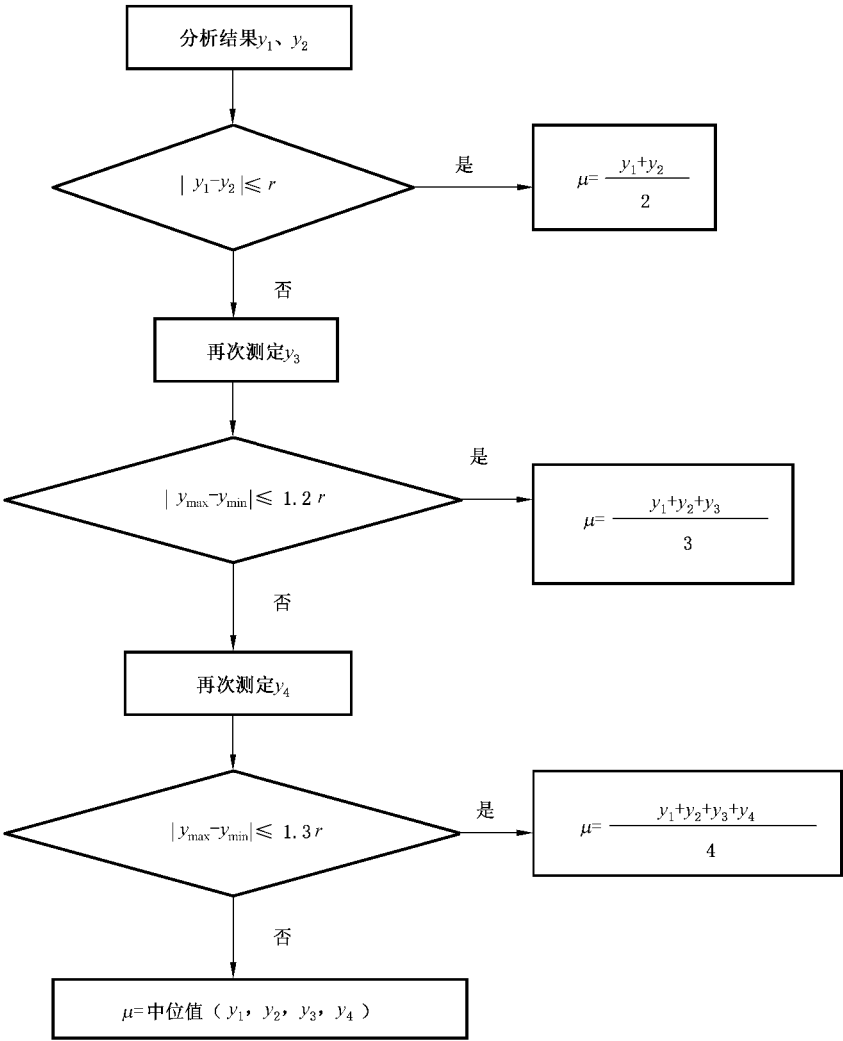


图 A.1 试样分析结果接受程序流程图





附 录 B  
(资料性附录)

精密度试验函数关系式及原始数据

精密度数据是在 2015 年由 8 个实验室,对 5 个不同水平的铝含量试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铝含量在重复性条件下独立测定 3 次。测量的原始数据见表 B.1。

表 B.1 分光光度法测定铝精密度试验原始数据

实验室	铝含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	0.046 7	0.244	1.733	2.624	0.728 8
	0.046 4	0.248 7	1.744	2.634	0.722 9
	0.047 7	0.246 6	1.737	2.626	0.726 1
2	0.046 2	0.251 9	1.646	2.615	0.729 8
	0.046 2	0.248 2	1.654	2.615	0.730 4
	0.046 6	0.244	1.654	2.635	0.722 4
3	0.050 6	0.256 1	1.694	2.519	0.715 3
	0.048 7	0.247 8	1.646	2.505	0.711 8
	0.051	0.244 5	1.641	2.567	0.733
4	0.050 5	0.246 6	1.718	2.612	0.708 2
	0.048 8	0.240 8	1.688	2.582	0.698 7
	0.051 8	0.252 4	1.751	2.623	0.704 5
5	0.052 3	0.254	1.699	2.594	0.713 5
	0.054 4	0.249 3	1.706	2.632	0.705
	0.052	0.254	1.706	2.637	0.712 2
6	0.050 9	0.238	1.713	2.603	0.748 8
	0.051	0.239 8	1.715	2.584	0.736 1
	0.051 1	0.238 7	1.717	2.604	0.742 5
7	0.047 6	0.244 5	1.701	2.623	0.735
	0.051 4	0.254 8	1.644	2.657	0.74
	0.047 7	0.258 8	1.678	2.629	0.749
8	0.048 8	0.256 7	1.749	2.653	0.734
	0.049 8	0.258 3	1.822	2.751	0.713 9
	0.051	0.260 4	1.814	2.685	0.733 7