



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.73—2016

铁矿石 全铁含量的测定 EDTA 光度滴定法

Iron ores—Determination of total iron content—
EDTA photometric titration method

2016-02-24 发布

2016-11-01 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

本部分为 GB/T 6730 的第 73 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：广东出入境检验检疫局、防城港出入境检验检疫局、上海出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院、宝山钢铁股份有限公司、武汉钢铁集团公司、马鞍山钢铁股份有限公司、鞍钢集团钢铁研究院、中山大学、梅特勒-托利多公司、瑞士万通中国有限公司。

本部分主要起草人：郑建国、彭速标、苏彩珠、黄文娴、肖前、翟翠萍、卢振国、钟志光、罗明贵、陈智鹏、黎香荣、闵红、陈自斌、于成峰、闻向东、邵梅、凌晓霞、杨本华、王一凌、亢德华、邹小勇、赵婷婷、王中光。



铁矿石 全铁含量的测定

EDTA 光度滴定法

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 EDTA 光度滴定法测定铁矿石中全铁含量。

本部分适用于天然铁矿、铁精矿和人造块矿,包括烧结矿和球团矿中全铁含量的测定。测定范围(质量分数)为 30%~72%。

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 6379.2 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 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

3 原理

试料在少量氢氟酸助溶下,采用盐酸硝酸混合溶液微波消解法分解,冷却,用氢氧化钠溶液调节试液 pH=1,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,光度电极确定滴定终点,计算全铁含量。

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 高纯铁,纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.2 盐酸硝酸混合溶液,量取 15 mL 硝酸($\rho=1.42$ g/mL),45 mL 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)和 40 mL 水,混匀。

4.3 氢氟酸溶液,1+100。移取 1 mL 氢氟酸($\rho=1.13$ g/mL),加入 100 mL 水,放入塑料瓶中。混匀。

4.4 氢氧化钠溶液,100 g/L。称取 100 g 氢氧化钠,溶于 800 mL 水中,冷却至室温,稀释至 1 000 mL。存于塑料瓶中。

4.5 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$,简称 EDTA)标准滴定溶液,0.1 mol/L。

4.5.1 配制

称取 40 g 乙二胺四乙酸二钠,加 800 mL 水,加热溶解,冷却,稀释至 1 000 mL,混匀。储存于塑料瓶中。

4.5.2 标定

称取 0.10 g(精确至 0.000 02 g)高纯铁(见 4.1)放入 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸硝酸混合溶液(见 4.2),1 mL 氢氟酸溶液(见 4.3),盖上玻璃表面皿,摇匀,水浴加热至完全溶解。用 10 mL 水分多次洗涤表面皿和烧杯内壁。加入 1 mL 磺基水杨酸溶液(4.6)和 25 mL 氢氧化钠溶液(见 4.4),摇匀。放入水浴槽(水温 $\geq 80\text{ }^{\circ}\text{C}$)中加热 20 min。趁热将烧杯放于自动电位滴定仪滴定台上,插入复合玻璃 pH 电极和光度电极。在不断搅拌下,用氢氧化钠溶液(见 4.4)调节试液的酸度至 pH=1。设置好滴定参数,设定最大终止体积为 20 mL。运行滴定程序,用 EDTA 标准滴定溶液(见 4.5)滴定,滴定终点时消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积记为 V_s 。平行测定 4 份,极差不大于 0.000 15 mol/L,结果取平均值。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c_{\text{EDTA}} = \frac{m \times 1\,000}{55.847 \times V_s} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c_{EDTA} —— EDTA 标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 m —— 高纯铁的质量,单位为克(g);
 V_s —— 滴定终点时消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
 55.847 —— 铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
 1 000 —— 体积的换算系数。

滴定体积保留到小数点后三位,计算结果保留五位有效数字。

4.6 磺基水杨酸指示剂溶液,10%。称取 10 g 磺基水杨酸($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 80 mL 水中,稀释至 100 mL。储存于棕色试剂瓶中。

5 仪器

- 5.1 自动电位滴定仪:分辨率 0.1 mV,附录 A 给出了典型滴定曲线。
 5.2 20 mL 自动滴定管:加液的体积分辨率最少为 1/10 000。
 5.3 复合玻璃 pH 电极。
 5.4 520 nm 耐酸碱光度电极。
 5.5 分析天平:感量 0.01 mg。
 5.6 微波消解仪:温度控制,可编程。



6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取制样。一般试样粒度应小于 100 μm 。如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 160 μm 。

6.2 预干燥试样的制备

充分混匀实验室试样,缩分法取样。按照 GB/T 6730.1 在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥试样。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 02 g。

按照附录 B 中的程序,对同一预干燥试样,至少独立测定 2 次,取其平均值。

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 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料分解

将试料(见 7.1)放入 100 mL 聚四氟乙烯消解罐中,加入 10 mL 盐酸硝酸混合溶液(见 4.2),1 mL 氢氟酸溶液(见 4.3)(当 $\text{SiO}_2 \geq 20\%$,可多加 1 mL 氢氟酸溶液)。盖上罐盖,装入微波消解仪中。设定消解温度为 190 °C,升温时间为 20 min,消解保持时间为 20 min。消解完成后冷至室温,取出消解罐,用 10 mL 水分多次洗涤消解罐盖和罐壁。加入 1 mL 磺基水杨酸溶液(见 4.6)和 25 mL 氢氧化钠溶液(见 4.4),摇匀。放入水浴槽(水温 ≥ 80 °C)中加热 20 min。

7.3.2 滴定

趁热将消解罐放于自动电位滴定仪滴定台上,插入复合玻璃 pH 电极和光度电极。在不断搅拌下,用氢氧化钠溶液(见 4.4)调节试液的酸度至 pH 为 (1.0 ± 0.2) 。设置好滴定参数,设定最大终止体积为 20 mL。运行滴定程序,用 EDTA 标准滴定溶液(见 4.5)滴定,滴定终点时消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积记为 V 。

8 分析结果计算及其表示

8.1 结果计算

按式(2)计算铁矿中全铁的含量,以质量分数 w 计,数值用 % 表示:

$$w = \frac{c_{\text{EDTA}} \times (V - V_0) \times 55.847}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w ——全铁的含量(质量分数);
- c_{EDTA} ——EDTA 标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——试料溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- 55.847 ——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 1 000 ——体积的换算系数。

滴定体积表示到小数点后第三位,计算结果表示到小数点后两位。

8.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于重复性限 r 值,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于 r 值,则按附录 B 的规定追加测量次数并确定分析结果。

滴定体积保留小数点后第三位,分析结果按 GB/T 8170 修约,将数值修约到小数点后第二位。

9 精密度

依据 GB/T 6379.2,对 8 个实验室 6 个水平测试数据统计得出方法的精密度(见表 1)。

表 1 精密度 %(质量分数)

水平	重复性限 r	再现性限 R
30~72	0.20	0.25

10 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) 试验报告编号和发布日期；
- c) 本部分编号；
- 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情况和在本部分中没有规定的可能对试样分析结果产生影响的任何操作。



附 录 A
(资料性附录)
典型滴定曲线

A.1 滴定曲线 1(见图 A.1)

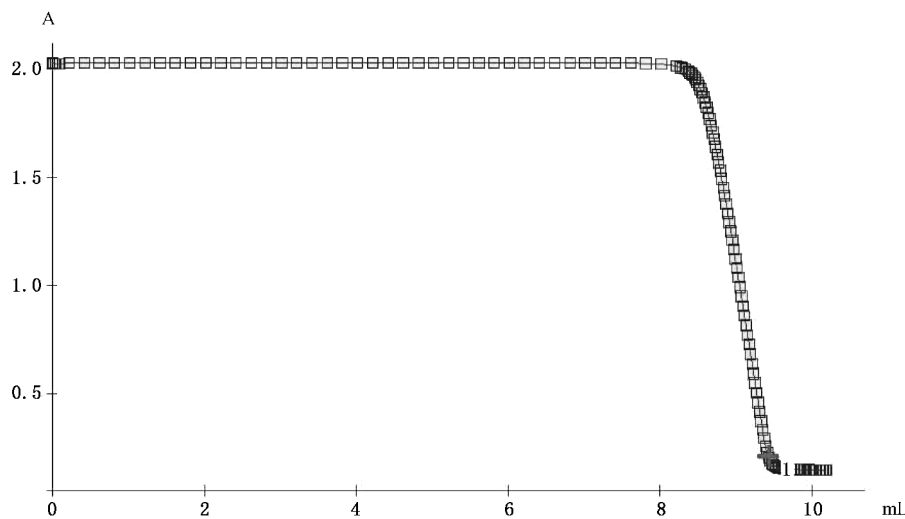


图 A.1 滴定曲线(+字处为滴定终点-折线模式)

A.2 滴定曲线 2(见图 A.2)

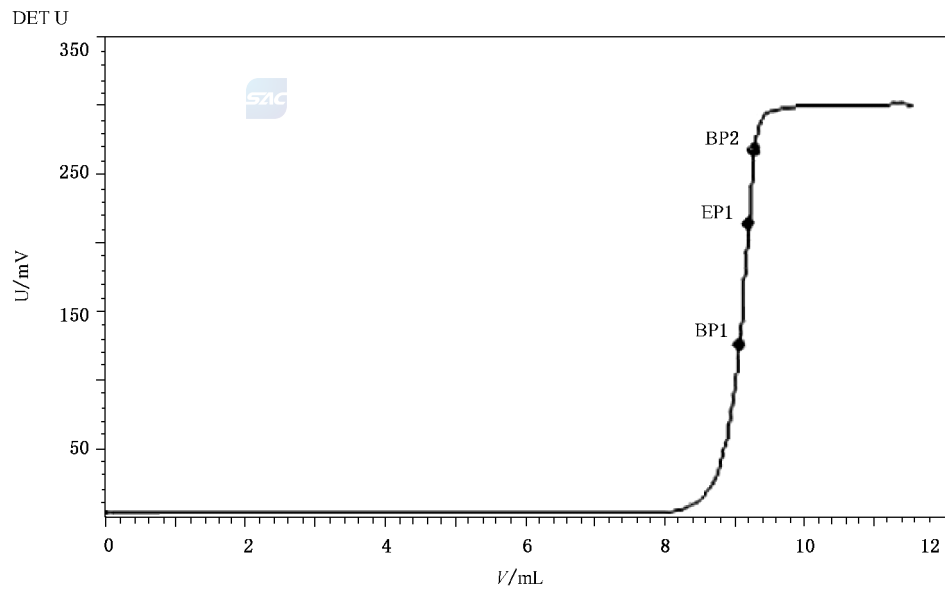


图 A.2 滴定曲线(BP2 处为滴定终点-折线模式)

附录 B
(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流程图见图 B.1。

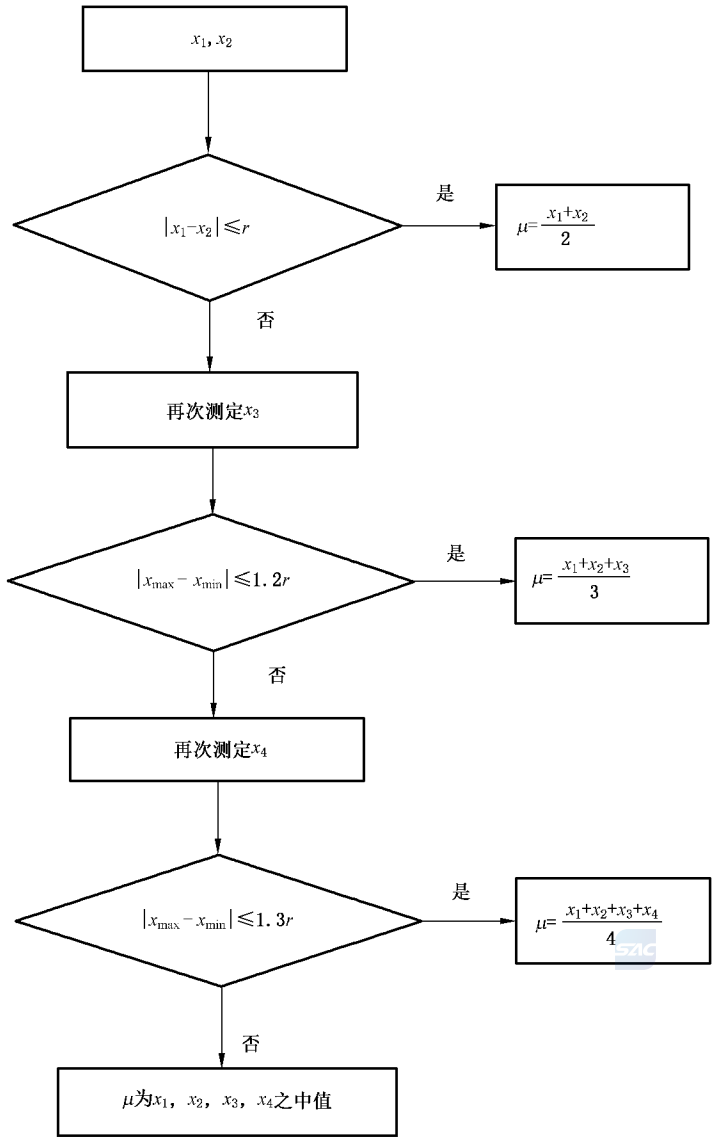


图 B.1 试样分析结果接受程序流程图