



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24221—2009

GB/T 24221—2009

## 铬矿石 钙和镁含量的测定 EDTA 滴定法

Chromium ores—Determination of calcium and magnesium contents—  
EDTA titrimetric method

(ISO 5975:1983,MOD)

中华人民共和国  
国家标准  
铬矿石 钙和镁含量的测定  
EDTA 滴定法  
GB/T 24221—2009

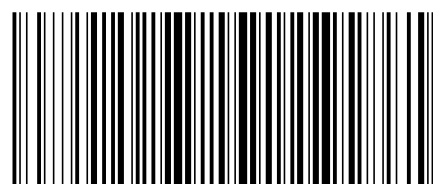
\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字  
2009年11月第一版 2009年11月第一次印刷

\*  
书号:155066·1-38994 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 24221—2009

2009-07-15 发布

2010-04-01 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

附录 A  
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 5975:1983 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 5975:1983 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 5975:1983(E)章条编号对照一览表

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
4.3	—
4.4	4.5
4.5	—
4.6	4.10
4.7	4.11
4.8	4.3
4.9	4.4
4.10	4.6
4.11	4.12
4.12	4.7
4.13	4.9
4.18	—
4.19	4.21
4.20	4.18
4.21	4.19
4.22	4.20
4.23	4.22
4.24	—
4.25	4.24
6	—
7.1	—
7.2	6.1
7.3	4.18.2 第 3 段
7.4	6.2
7.5	6.3
7.6	6.4
7.7	6.5
8	7
10	—
附录 A	—
附录 B	—

注：表中的章条以外的本标准其他章条编号与 ISO 5975:1983 均相同且内容相对应。

## 前 言

本标准修改采用 ISO 5975:1983《铬矿石 钙和镁含量的测定 EDTA 滴定法》(英文版),为了方便比较,在附录 A 中列出了本国家标准条款和国际标准条款的对照一览表。

考虑到实际操作过程中的需要,本标准在采用国际标准时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准与 ISO 5975:1983 相比较,主要做了如下修改:

- 在“2 规范性引用文件”中用国家标准代替对应的国际标准;
- 7.4.1 条款增加了灼烧时间要求;
- 7.5 条款用六次甲基四胺和铜试剂代替了氨水分离干扰元素;
- 7.6 条款用钙黄绿素和百里酚酞混合指示剂代替了钙黄绿素指示剂;
- 增加了“6 取样和制样”条款;
- 增加了“7.1 测定次数”条款;
- 增加了“10 试验报告”条款。

本标准的附录 A 和附录 B 是资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中华人民共和国天津出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院、宁波检验检疫科学技术研究院。

本标准主要起草人:魏红兵、杨丽飞、谷松海、王振坤、马德起、苏明跃、陈少鸿、陈自斌。

移开表面皿沿烧杯壁小心逐滴加入盐酸(4.4),直至铬酞氯棕黄色烟雾停止释放为止,此时铬被还原为三价。盖上表面皿继续加热溶液至铬完全被氧化,重复蒸馏铬酞氯除去大量的铬(直到溶液接近无色为止),蒸发溶液至近干。

加入 5 mL~7 mL 盐酸(4.4)和 30 mL~40 mL 水,加热使盐类溶解。冷却,用水洗烧杯壁及表面皿。

用热水将溶液稀释至 80 mL~100 mL,边搅拌,边滴加氢氧化钠溶液(4.14)至溶液刚好析出沉淀,再滴加盐酸(4.5)至沉淀刚好溶解,加入 3 g 六次甲基四胺(4.3)混匀,在充分搅拌下,加入 25 mL 铜试剂溶液(4.18),冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去初流滤液。

#### 7.6 钙含量的测定

移取 100.00 mL 测试液(7.5)于 500 mL 锥形瓶中,加入 3 滴或 4 滴孔雀绿溶液(4.23),在剧烈搅拌下,分多次加入少量氢氧化钠溶液(4.14)直至溶液无色并过量 8 mL~10 mL,用水稀释至 200 mL~250 mL,加入 0.1 g~0.15 g 钙黄绿素和百里酚酞混合指示剂(4.24),用 EDTA 标准溶液目视判定法滴定或使用光电滴定计滴定。当钙含量范围为 0.1%~1.0%(质量分数)时,使用 EDTA 溶液(4.22);当钙含量大于 1.0%(质量分数)时,使用 EDTA 溶液(4.21),直到溶液由荧光绿色消失变成亮紫色为终点。

注:电位滴定仪的操作应遵循操作说明。

#### 7.7 钙和镁含量的测定

移取 100.00 mL 测试液(7.5)于 500 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 缓冲溶液(4.19),2 mL 重铬酸钾溶液(4.17),100 mL~150 mL 水及 0.1 g~0.15 g 铬黑 T 指示剂(4.25),在不断搅拌下,用 EDTA 标准溶液(4.20)滴定至溶液由酒红色变成蓝色为终点。建议样品滴定过程的颜色变化与参比溶液(4.20.2)的颜色相比较,以获得准确的终点。

### 8 结果计算

#### 8.1 钙含量的计算

按式(3)计算钙含量  $w(\text{Ca})$ (质量分数),用百分数表示(%):

$$w(\text{Ca}) = \frac{(V_3 - V_4) \times f \times T_{\text{Ca}} \times 100}{m_2} \times K \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$V_3$ ——测定钙含量(7.6)所消耗的 EDTA 标准溶液(4.21 或 4.22)的体积,单位为毫升(mL);

$V_4$ ——滴定钙含量相应空白试验溶液所消耗的 EDTA 标准溶液(4.21 或 4.22)的体积,单位为毫升(mL);

$f$ ——0.005 mol/L 或 0.012 5 mol/L 的 EDTA 标准溶液转换为 0.025 mol/L 的 EDTA 标准溶液的系数;

在 0.005 mol/L EDTA 标准溶液的情况下, $f=0.2$ ;

在 0.012 5 mol/L EDTA 标准溶液的情况下, $f=0.5$ ;

$T_{\text{Ca}}$ ——按照 4.20.2 计算出的 EDTA 标准溶液(4.20.1)对钙的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

$m_2$ ——测定钙含量(7.6)所分取试液相当的试料量,单位为克(g);

$K$ ——以干态计的钙含量的换算因子。

#### 8.2 镁含量的计算

按式(4)计算镁含量  $w(\text{Mg})$ (质量分数),用百分数表示(%):

$$w(\text{Mg}) = \frac{[(V_5 - V_6) - (V_3 - V_4) \times f] \times T_{\text{Mg}} \times 100}{m_3} \times K \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$V_3$ ——测定钙含量(7.6)所消耗的 EDTA 标准溶液(4.21 或 4.22)的体积,单位为毫升(mL);

## 铬矿石 钙和镁含量的测定 EDTA 滴定法

**警告**——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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律法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了 EDTA 滴定法测定铬矿石中钙和镁含量。

本标准适用于铬矿石中钙和镁含量的测定。测定范围(质量分数):钙 0.1%~3.20%,镁 3.0%~12.00%,本标准应遵守 GB/T 24228 的有关规定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—1991,neq ISO 385:1984)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042:1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991,eqv ISO 648:1977)

GB/T 24228 铬矿石和铬精矿 化学分析方法 通则(GB/T 24228—2009,ISO 6629:1981,MOD)

GB/T 24220 铬矿石 分析样品中湿存水的测定 重量法(GB/T 24220—2009,ISO 6129:1981,MOD)

GB/T 24243 铬矿石 采取份样(GB/T 24243—2009,ISO 6153:1989,IDT)

ISO 6154 铬矿石 样品制备

### 3 原理

试料用硝酸、高氯酸分解。对于难分解铬矿石,过滤,未溶残渣灰化后用氢氟酸处理,碳酸钠熔融,将熔融液与主液合并。以铬酞氯蒸馏形式除去铬。用六次甲基四胺、铜试剂沉淀分离铁、钛、铝等干扰元素。移取部分试液,以钙黄绿素和百里酚酞为混合指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定钙( $\text{pH} \geq 12.5$ )。移取第二部分试液,以铬黑 T 为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定钙镁总量( $\text{pH} 10$ )。用差减法计算镁含量。

### 4 试剂

除非另有说明,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 碳酸钠,无水或在 500 °C 预灼烧至恒重。

4.2 氯化钾。

4.3 六次甲基四胺。

4.4 盐酸, $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ 。

4.5 盐酸,1+1。