

铁矿石化学分析方法  
氟盐取代络合容量法测定铝量

Methods for chemical analysis of iron ores  
The fluoride replacement complexometric method  
for the determination of aluminum content

UDC 622.341.1  
:543.06

GB 6730.11-86

代替 GB 1365-78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铝量的测定。测定范围：0.25~7.5%。  
本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用盐酸、硝酸、高氯酸（或硫酸）分解，过滤，滤液以甲基异丁基酮萃取除去大部分铁；残渣用氢氟酸挥散硅后，用焦硫酸钠熔融。用六次甲基四胺沉淀铝、钛、铁等，在EDTA存在下，以氢氧化物分离除去钛、铁、稀土等。分取部分溶液，调至pH6.0，煮沸使铝及残留离子和EDTA络合，以二甲酚橙为指示剂，用氯化锌溶液回滴过量的EDTA。再加入氟化钠，煮沸置换铝-EDTA络合物中的EDTA，用氯化锌标准溶液滴定置换出的EDTA，借此测定铝量。

2 试剂

- 2.1 氯化铵。
- 2.2 焦硫酸钠。
- 2.3 盐酸 ( $\rho$  1.19g/ml)。
- 2.4 盐酸 (5 + 3)。
- 2.5 盐酸 (1 + 1)。
- 2.6 盐酸 (1 + 2)。
- 2.7 盐酸 (5 + 95)。
- 2.8 盐酸 (2 + 98)。
- 2.9 硝酸 ( $\rho$  1.42g/ml)。
- 2.10 高氯酸 ( $\rho$  1.67g/ml)。
- 2.11 氢氟酸 ( $\rho$  1.15g/ml)。
- 2.12 硫酸 (1 + 1)。
- 2.13 硫酸 (1 + 99)。
- 2.14 氢氧化铵 (1 + 1)。
- 2.15 乙醇。
- 2.16 甲基异丁基酮。
- 2.17 氢氧化钠溶液 (50%)。
- 2.18 氢氧化钠溶液 (20%)。
- 2.19 氢氧化钠溶液 (1%)。
- 2.20 六次甲基四胺溶液 (25%)。
- 2.21 氯化铵洗液 (2%)：每100ml洗液加1~2滴氢氧化铵 (2.14)。

2.22 氟化钠溶液 (4%)。

2.23 高锰酸钾溶液 (2%)。

2.24 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液  $C(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0.2 \text{ mol/l}$ 。

2.25 氯化锌溶液  $C_1(ZnCl_2) = 0.2 \text{ mol/l}$ 。

2.26 亚铁溶液 (1 mg  $Fe^{2+}$  / ml)：称取0.702 g 硫酸亚铁铵  $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$  置于150 ml 烧杯中，以硫酸 (5 + 95) 溶解，移入100 ml 容量瓶中，并以硫酸 (5 + 95) 稀释至刻度，混匀。此溶液不宜久置。

2.27 乙酸—乙酸铵缓冲溶液 (pH6.0 ± 0.2)：称取300 g 乙酸铵，溶于500 ml 水中，过滤，加12.3 ml 冰乙酸，以水稀释至1000 ml。按下述方法调节pH值：

取10 ml 上述溶液置于150 ml 烧杯中，加100 ml 水搅匀，以pH计测量pH值，若pH不等于6.0 ± 0.2，可用乙酸 (1 + 1) 和氢氧化铵 (2.11) 调节缓冲溶液。再取出10 ml 缓冲溶液，稀释，测量pH值。如此反复进行，直到pH6.0 ± 0.2。

2.28 甲基橙指示剂 (0.1%)。

2.29 二甲酚橙指示剂 (0.1%)：贮于棕色瓶中，放置时间不易超过3 d。

2.30 锌标准溶液  $C_2(ZnO) = 0.02$  或  $0.01 \text{ mol/l}$ ：称取1.6276 g 或 0.8138 g 预先在160 ~ 170 °C 干燥2 h 的氧化锌 (基准试剂)，分别置于300 ml 烧杯中，以水润湿，加入20 ml 盐酸 (2.5)，缓慢加热溶解，并蒸发至体积为3 ~ 5 ml，移入1000 ml 容量瓶中，用氢氧化铵 (2.14) 缓慢中和至甲基橙变黄，再以盐酸 (2.5) 中和至红色并过量5 ~ 6 滴，用水稀释至刻度，混匀。

锌标准溶液对铝的滴定度按式 (1) 计算：

$$T = C_2 \times 0.02698 \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——锌标准溶液对铝的滴定度，g/ml；

$C_2$ ——锌标准溶液的浓度，mol/l；

0.02698——1.00 ml 锌标准溶液  $C_2(ZnO) = 1.000 \text{ mol/l}$  相当于铝的量，g。

### 3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 μm，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160 μm。

3.2 预干燥不影响试样组成者，应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法—分析用预干燥试样的制备》进行。

### 4 分析步骤

#### 4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2 ~ 4次测定。

#### 4.2 试样量

称取1.000 g (铝量大于2.5%称取0.5000 g) 试样。

#### 4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

#### 4.4 校正试验

随同试样分析同类型 (指分析步骤相一致) 的标准试样。

#### 4.5 测定

##### 4.5.1 试样的分解

##### 4.5.1.1 一般试样的分解

将试样 (1.2) 置于300 ml 烧杯中，加30 ml 盐酸 (2.3)，低温加热分解30 ~ 60 min，取下稍冷，加5 ml 硝酸 (2.9)、10 ml 高氯酸 (2.10) [钨钼铁矿不加高氯酸，改加10 ml 硫酸 (2.12)]，继续加热