

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
铬天青S光度法测定铝量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.12—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The chrome azurol S photometric method
for the determination of aluminum content

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：0.050~0.50%。
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

试样经碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融，熔融物以盐酸浸取。

将铝及其他离子与氨三乙酸络合，然后以乙酰丙酮-四氯化碳选择萃取铝，此时部分铁也被萃入有机相，以盐酸及萃取后再以甲基异丁基酮萃取铁。

在pH5.6，六次甲基四胺缓冲的条件下，使铝和铬天青S显色，在波长560nm处测量其吸光度，借此测定铝。

2 试剂

2.1 混合熔剂：一份无水碳酸钠和一份硼酸研细混匀。

2.2 高氯酸（ ρ 1.67g/ml，优级纯）。

2.3 硝酸（ ρ 1.42g/ml，优级纯）。

2.4 硝酸（1+40）。

2.5 盐酸（3+2）。

2.6 盐酸（1+3）。

2.7 氢氧化铵（1+1）。

2.8 氢氧化铵（1+5）。

2.9 四氯化碳。

2.10 甲基异丁基酮。

2.11 氨三乙酸（10%）：称取10g试剂，加适量水溶解后，加10ml氢氧化铵（ ρ 0.90g/ml），用水稀释至100ml，混匀。

2.12 乙酰丙酮（15%）：取15ml乙酰丙酮置于100ml容量瓶中，加3ml盐酸（2.5），用水稀释至刻度，混匀。

2.13 二甲基黄（0.2%）乙醇溶液。

2.14 对硝基酚（0.2%）。

2.15 铬天青S（0.1%）乙醇（1+1）溶液。

2.16 六次甲基四胺（30%）。

2.17 抗坏血酸（1%）：用时配制。

2.18 铝标准溶液：

2.18.1 称取0.1000g金属铝（99.9%以上）于银（或聚四氟乙烯）烧杯中，加20ml水，加约1g氢

氧化钠（一级品），温热使分解后，移入1000ml容量瓶中，加入15ml盐酸（2.5），冷至室温，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.10mg铝。

2.18.2 移取25.00ml铝标准溶液（2.18.1），置于1000ml容量瓶中，加20ml盐酸（2.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含2.5μg铝。

3 试样

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

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0.1000g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

随同试样进行同类型（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

将试样（4.2）置于已盛有2g混合熔剂（2.1）的铂坩埚中，混匀。于950℃熔融20min左右，取出冷却后，置于250ml烧杯中，加50ml盐酸（2.6）浸取，加热至熔融物溶解后，以水洗出坩埚，冷却至室温，移入100ml容量瓶中，用水稀释到刻度，混匀。

注：如硅含量大于12%，在碱性溶液中萃取时生成沉淀使分离困难，或试样中含氟大于1%时须作如下处理：熔融物置于聚四氟乙烯烧杯或石英烧杯中，用50ml盐酸（2.6）浸取，加热。熔融物溶解后，以水洗出坩埚，加入5ml硝酸（2.3），加20ml高氯酸（2.2），加热蒸发至冒烟，取下，以水冲洗杯壁，再加热冒烟3~4min，取下，再以水冲洗杯壁并加热冒烟至近干，取下，加50ml盐酸（2.6），以下按4.5.1中相应步骤进行。

4.5.2 分离

4.5.2.1 吸取10.0ml试液于60ml分液漏斗（甲）中，加入5ml氨三乙酸（2.11），以二甲基黄（2.13）作指示剂，用氢氧化铵（2.7）调至溶液呈黄色，加入5ml乙酰丙酮（2.12）、10ml氢氧化铵（2.7），保持水相体积为30ml，加入15ml四氯化碳（2.9），振荡1min，分层后，将有机相放入另一60ml分液漏斗（乙）中，并加入10ml盐酸（2.5），振荡30s，将有机相放回原分液漏斗（甲）中，振荡30s。再将有机相放回分液漏斗（乙）中〔弃去分液漏斗（甲）中水相〕，振荡30s，弃去有机相，加入10ml甲基异丁基酮（2.10），振荡30s^①。将水相放入100ml烧杯（GG17或石英杯）中^②。

注：① 整个萃取分离过程应连续操作，否则使铝萃取率降低。

② 也可以采用铝空白值低的玻璃烧杯代替石英杯。

4.5.2.2 加1ml硝酸（2.3），低温加热至沸，取下，加3ml高氯酸（2.2，不加表皿），加热至冒烟，取下，以水冲洗杯壁，继续加热蒸发至干涸，加入1ml盐酸（2.5），以水冲洗杯壁，加热至盐类溶解，冷至室温后，移入50ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。分取部分（铝含量0.05~0.1%取25.00ml；大于0.1%取15.00ml）试液，置于100ml容量瓶中。

4.5.3 显色、测量

4.5.3.1 用水调整溶液体积至30ml左右，加入1滴对硝基酚（2.14）以氢氧化铵（2.8）调至溶液刚呈黄色，然后用硝酸（2.4）调至溶液黄色退去，并过量5.00ml，加1.0ml抗坏血酸（2.17）、5.0ml

铬天青S (2.15)，边摇边加入5.0 ml 六次甲基四胺 (2.16)，以水稀释至刻度，缓慢混匀^{①②③}。

注：① 抗坏血酸亦能和铝生成络合物，影响测定，因此在加完抗坏血酸后不宜久置。

② 显色液中常出现蓝色悬浮物，量多时影响测定，这种现象在剧烈摇动时更为严重，因此要求在加入显色剂后的操作均须缓慢轻摇。

③ 显色后的溶液稳定时间在35℃以下时为40 min；在35℃以上时为30 min。

4.5.3.2 将部分溶液移入2或3 cm比色皿中，以随同试样的空白为参比，于分光光度计波长560 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铝量。

注：铝含量0.05~0.25%用3 cm比色皿；铝含量大于0.25%用2 cm比色皿。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 ml 铝标准溶液 (2.18.2)，分别置于100 ml 容量瓶中，以下按4.5.3.1进行，将部分溶液移入2或3 cm比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长560 nm处测量吸光度，以铝量为横坐标，吸光度为纵坐标，分别绘制两条工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按式 (1) 计算铝的百分含量：

$$Al(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \times K \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的铝量，mg；

m ——试样量，g；

V ——试液总体积，ml；

V_1 ——分取试液体积，ml；

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数（如使用预干燥试样，则 $K = 1$ ）， A 是按照 GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收：

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表1所列的允许差时，则试样分析值有效，否则无效，应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差，不大于表1所列允许差时，则可予以平均，计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时，则应按附录A的规定，进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算：

试样的有效分析值的算术平均值为最终分析结果，平均值计算至小数第五位，并按数字修约规则的规定修约至小数第三位。

6 允许差

表 1

%

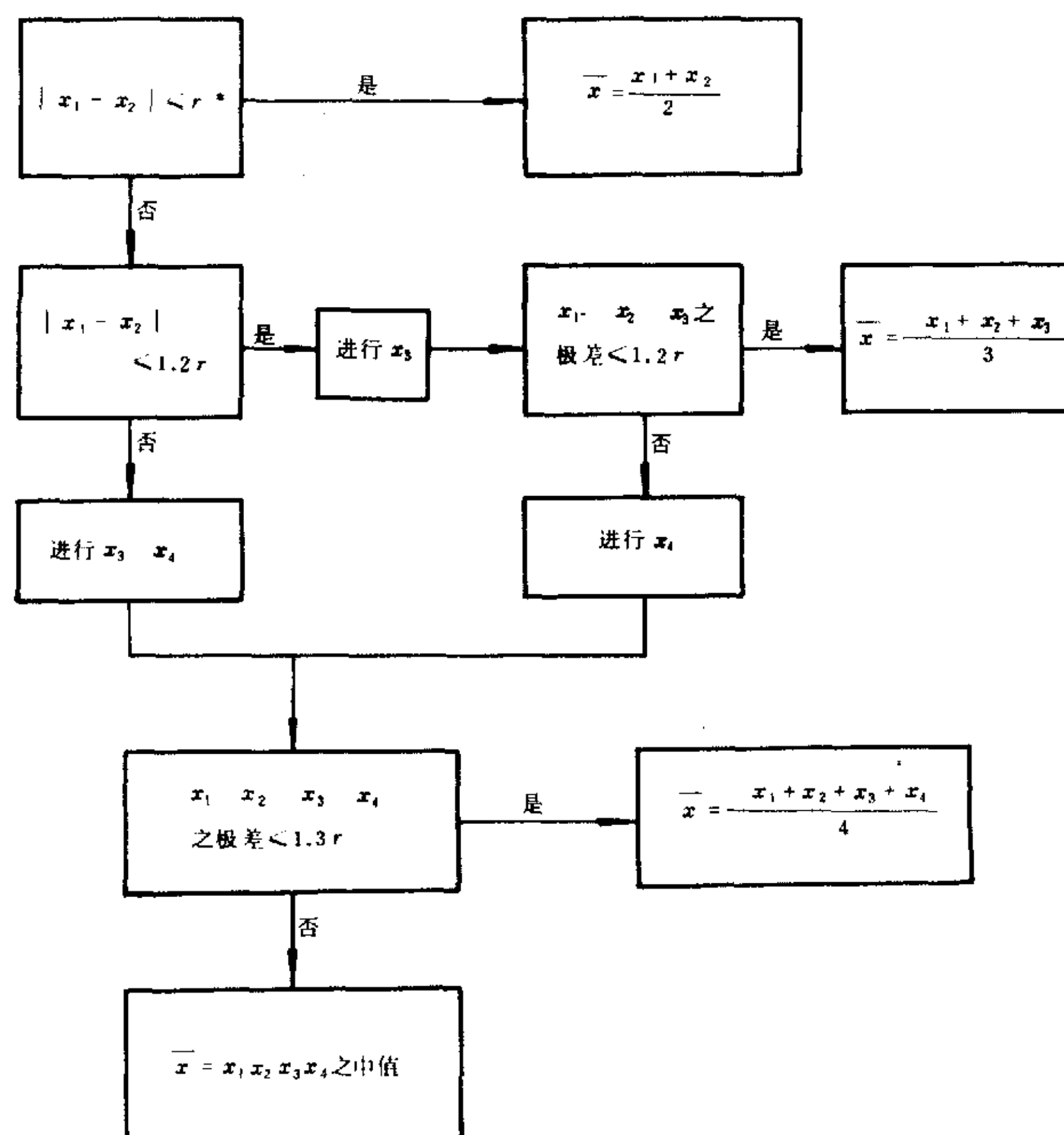
铝 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
0.050~0.250	±0.014	0.020
>0.250~0.500	±0.018	0.025

7 氧化物系数

按式(2)计算三氧化二铝百分含量:

$$\text{Al}_2\text{O}_3 (\%) = 1.8895 \times \text{Al} (\%) \dots\dots\dots (2)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由浙江冶金研究所起草。

本标准主要起草人王起华、沈世昌。

* r 即表 1 中所列允许差。