

中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.25—2006
代替 GB/T 6730.25—1986

铁矿石 稀土总量的测定 草酸盐重量法

Iron ores—Determination of total rare earth contents—
Oxalate gravimetric method

2006-11-01 发布

2007-02-01 实施

数码防伪

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

前 言

GB/T 6730 的本部分代替 GB/T 6730.25—1986《铁矿石化学分析方法 重量法测定稀土总量》。

本部分与 GB/T 6730.25—1986 比较,主要变化如下:

- 标准名称由《铁矿石化学分析方法 重量法测定稀土总量》修改为《铁矿石 稀土总量的测定 草酸盐重量法》;
- 测定稀土总量的测定范围(质量分数)由 0.500%~8.00%修订为 0.500%~10.00%;
- 试样分解温度由 700℃修改为 750℃;
- 沉淀灼烧温度由 850℃改为 900℃;
- 钪量由分光光度法改为用国家标准分析方法“GB/T 12690.12—2003 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法和电感耦合等离子体质谱法”对沉淀物的含钪量进行测定。

本部分的附录 A 为规范性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分主要起草单位:包头稀土研究院。

本部分主要起草人:许涛、张宏强。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 6730.25—1986。

铁矿石 稀土总量的测定 草酸盐重量法

警告:使用 GB/T 6730 的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 的本部分规定了草酸盐重量法测定稀土总量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿和块矿,包括烧结产品中稀土总量(以氧化物表示)的测定。测定范围(质量分数)为 0.500%~10.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6730 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备(GB/T 6730.1—1986, idt ISO 7764:1985)

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法(GB/T 10322.1—2000, idt ISO 3082:1998)

GB/T 12690.12 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 钍量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法和电感耦合等离子体质谱法

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)

3 原理

试样以氢氧化钠和过氧化钠熔融,以稀的三乙醇胺浸取,在盐酸羟胺存在下,采用 EDTA 络合分离铁、锰、铝、钙等干扰元素,于 pH 值为 1~2 的弱酸性介质中,用草酸沉淀稀土和钍,于 900℃ 将草酸沉淀灼烧成为氧化物,称其质量。所得氧化物质量减去二氧化钍量为稀土氧化物量。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外,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 氢氧化钠。

4.2 过氧化钠。

4.3 乙二胺四乙酸二钠,简称 EDTA。

4.4 抗坏血酸。

4.5 盐酸羟胺。

4.6 盐酸, ρ_1 1.19 g/mL。

4.7 硝酸, ρ_1 1.42 g/mL。

4.8 高氯酸, ρ_1 1.67 g/mL。

4.9 过氧化氢, 30%。

GB/T 6730.25—2006

- 4.10 盐酸,1+1。以盐酸(4.6)稀释。
 4.11 盐酸,1+99。以盐酸(4.6)稀释。
 4.12 盐酸,1+49。以盐酸(4.6)稀释。
 4.13 氨水,1+1。
 4.14 氢氧化钠洗液,20 g/L。
 4.15 三乙醇胺,5+95。
 4.16 草酸溶液,100 g/L。
 4.17 草酸洗液,10 g/L。

称取 1 g 草酸,溶于 100 mL 水中,用氨水调节 pH 值为 1.5~1.7。

- 4.18 百里酚蓝指示剂溶液,1 g/L。

称取 0.1 g 百里酚兰,加入 4.3 mL 氢氧化钠(4.14)溶解,加水稀释至 100 mL。

5 仪器

除非另有规定,所有移液管和容量瓶应是符合 GB/T 12808 和 GB/T 12806 的规定。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样。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 $^{\circ}\text{C}$ ±2 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥试样。

7 分析步骤

7.1 测定次数

按照附录 A,对同一预干燥试样,至少独立测定 2 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 0.5 g 预干燥试样(6.2),准确至 0.000 1 g。

7.3 空白试验及验证试验

7.3.1 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3.2 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

7.4 测定

7.4.1 试料的分解

将试料(7.2)置于盛有预先烘去水分的 7 g~8 g 氢氧化钠(4.1)的刚玉坩埚中,加 4 g 过氧化钠(4.2),在 750 $^{\circ}\text{C}$ 熔融至红色透明约 3 min~4min,其中摇动 2 次,取出冷却。

7.4.2 分离

将坩埚移入一盛有 100 mL 三乙醇胺(4.15)(溶液不易过热)和 1 g EDTA(4.3)及少许盐酸羟胺(4.5)的 400 mL 烧杯中,待剧烈反应停止后,置低温处加热至沸,取下,洗出坩埚。将溶液煮沸数分钟,稍冷后,用中速滤纸过滤,用氢氧化钠洗液(4.14)洗涤烧杯及沉淀 6 次~7 次。将沉淀连同滤纸移入原烧杯中,加 15 mL~20 mL 硝酸(4.6)、5 mL~8 mL 高氯酸(4.7),加热至冒浓厚白烟 3 min~5min,取

下,稍冷,加 5 mL 盐酸(4.9)、60 mL 水,加热溶解盐类,以中速滤纸过滤,用盐酸(4.11)洗净烧杯,并洗涤沉淀 6 次~7 次,滤液盛于 300 mL 烧杯中。

7.4.3 沉淀、称量

将滤液用水稀释至 100 mL 左右,加热煮沸,取下,加 40mL 热的草酸(4.16),加 8 滴百里酚蓝指示剂溶液(4.18),用氨水(4.13)中和至溶液呈黄色,再以盐酸(4.10)调至微红色(pH 值为 1.52),加热煮沸,保温 30 min,放置 2 h~4 h。用慢速定量滤纸过滤,用草酸(4.17)洗涤烧杯 2 次~3 次,洗涤沉淀 7 次~8 次。将沉淀连同滤纸置于已恒量的铂坩埚中,灰化,在 900℃ 灼烧 40 min,取出置于干燥器中,冷至室温,称其质量,重复操作,直至恒量。

7.4.4 钪含量的测定

按照 GB/T 12690.12 对沉淀物的稀土含量进行测定。

8 结果计算

8.1 稀土含量的计算

按式(1)计算试样中稀土含量 $w(\text{REO})$,以质量分数表示:

$$w(\text{REO}) = \frac{(m_2 - m_1 - m_3 - m_4)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_2 ——坩埚及氧化物的质量,单位为克(g);
- m_1 ——坩埚的质量,单位为克(g);
- m_3 ——氧化钪的质量,单位为(g);
- m_4 ——随同试样空白的质量,单位为克(g);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

稀土氧化物含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.500~1.000	0.050
>1.00~2.00	0.10
>2.00~5.00	0.15
>5.00~8.00	0.20
>8.00~10.00	0.25

9 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) 试验报告发布日期;
- c) 本部分的编号;
- d) 试样本身必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 标准样品名称和结果;
- g) 测定过程中存在的任何异常特性和在本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性附录)
试样分析值接受程序流程图

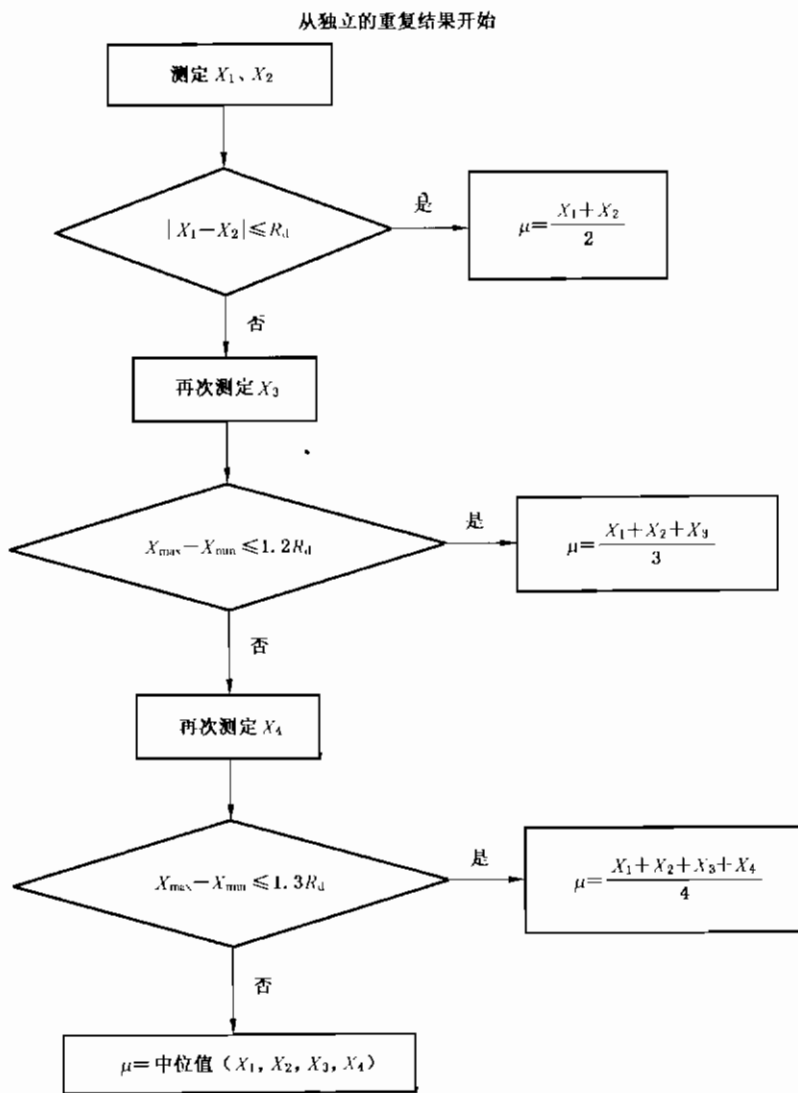


图 A. 1



GB/T 6730.25-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-28957

定价: 10.00 元