



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.10—2014  
代替 GB/T 6730.10—1986

---

## 铁矿石 硅含量的测定 重量法

Iron ores—Determination of silicon content—Gravimetric methods

(ISO 2598-1:1992 Iron ores—Determination of silicon content—  
Part 1: Gravimetric methods, NEQ)

2014-09-30 发布

2015-05-01 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

## 目 次

前言 .....	I
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 试剂和材料 .....	2
5 仪器 .....	2
6 试料 .....	2
7 分析步骤 .....	3
8 结果计算 .....	5
9 试验报告 .....	6
附录 A (规范性附录) 试样分析值接受程序流程图 .....	8
附录 B (资料性附录) 重复性和允许差公式推导 .....	9
附录 C (资料性附录) 国际分析试验中获得的精密度数据 .....	10

## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为 64 个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6730.10—1986《铁矿石化学分析方法 重量法测定硅量》。本部分与 GB/T 6730.10—1986 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

——原部分试样用盐酸分解,残渣用碳酸钠和硼酸混合溶剂熔融。本部分试样分解采用两种方法:方法一用过氧化钠熔融分解,然后用盐酸和高氯酸处理;方法二用盐酸、硝酸、高氯酸溶解(必要时包括硼酸),并蒸发至冒高氯酸烟。然后将二氧化硅沉淀连同所有残渣过滤,用碳酸钠熔融并溶解于盐酸和高氯酸中。

——测定范围由 1.50%~25.00% 修改为 1.00%~15.00%。

——原部分对数据处理只是提到按数字修约规则对结果数据进行修约,没有作具体表述,修订后对数据修约规则作了具体要求。

——增加了安全警示条款。

——增加了对试验报告内容的具体要求。

本部分使用重新起草法参考 ISO 2598-1:1992《铁矿石 硅含量的测定 重量法》编制,与 ISO 2598-1:1992 的一致性程度为非等效。

本部分与 ISO 2598-1:1992 的技术性差异及原因如下:

——关于规范性引用文件,本部分做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 增加引用了 GB/T 6682(见第 4 章);
- 用等同采用国际标准的 GB/T 6730.1 代替了 ISO 7764(见 6.1);
- 用等同采用国际标准的 GB/T 6730.3 代替了 ISO 2596(见 6.2.1);
- 用等同采用国际标准的 GB/T 10322.1 代替了 ISO 3082(见 6.1);
- 用非等效采用国际标准的 GB/T 12806 代替了 ISO 1042(见第 5 章);
- 用等效采用国际标准的 GB/T 12808 代替了 ISO 648(见第 5 章)。

——在 8.2.3 最终结果计算中,将 ISO 2598-1:1992 的表述按我国现行标准的表述方式进行了修改,以更加符合我国的习惯,便于应用。

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。

本部分主要起草单位:鞍钢集团矿业公司、上海出入境检验检疫局、马鞍山钢铁股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:田虹、陈志华、高景俊、任丽萍、程坚平、孙德明、姚强。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1368—1978、GB/T 6730.10—1986。

## 铁矿石 硅含量的测定 重量法

**警告:**本部分可能涉及危险物质、操作和设备。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安全和健康措施,使用前应确保合适的使用范围。

### 1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了用重量法测定铁矿石中硅含量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿和人造块矿,包括烧结产品。测定范围(质量分数)为 1.00%~15.00%。

方法 1:本方法不适用于还原剂含量大于 2%(质量分数)的铁矿石,例如,黄铁矿或含氟量超过 0.1%(质量分数)的铁矿石。此法推荐用于两性元素含量较高的低品位矿石。

方法 2:本方法可用于含氟量大于 0.1%(质量分数)的铁矿石。此法推荐用于含脉石低的高品位矿石。

**注:**对含硅量小于 5%(质量分数)的样品,用硅钼酸还原分光光度法更合适。

### 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 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 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 6730.3 铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量 (GB/T 6730.3—1986, idt ISO 2596:1984)

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

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶 (GB/T 12806—2011,ISO 1042:1998,NEQ)

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

用方法 1 或方法 2 分解待测试样。

方法 1:用过氧化钠熔融分解,然后用盐酸和高氯酸处理。

方法 2:用盐酸、硝酸和高氯酸处理(必要时包括硼酸),并蒸发至冒高氯酸烟。将二氧化硅沉淀连同所有残渣过滤,用碳酸钠熔融并溶解于盐酸和高氯酸中。

将来自方法 1 或方法 2 的溶液蒸发至冒高氯酸烟,过滤沉淀的二氧化硅。灼烧不纯的二氧化硅并称重。再用氢氟酸和硫酸处理不纯的二氧化硅,然后灼烧并再称重,前后两次称量之差为二氧化硅的质量。

#### 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符合 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 过氧化钠,固体。
- 4.2 硼酸,固体。
- 4.3 碳酸钠,无水。
- 4.4 盐酸, $\rho=1.19$  g/mL。
- 4.5 盐酸,1+1。
- 4.6 盐酸,1+9。
- 4.7 高氯酸, $\rho=1.67$  g/mL。
- 4.8 硫酸,1+1。
- 4.9 硫酸,1+9。
- 4.10 氢氟酸, $\rho=1.15$  g/mL。
- 4.11 硝酸, $\rho=1.42$  g/mL。
- 4.12 硝酸银溶液,10 g/L。

#### 5 仪器

常用实验室仪器,包括符合 GB/T 12806、GB/T 12808 规定的单标线容量瓶及单标线移液管。

- 5.1 镍坩埚、刚玉坩埚或石墨坩埚;容积约 40 mL。
- 5.2 铂坩埚;容积约 40 mL。
- 5.3 镍勺。
- 5.4 马弗炉;可控制温度  $400\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,最高温度可达  $1\ 050\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 6 试料

##### 6.1 实验室样

按 GB/T 10322.1 的规定进行取样和制样,一般试样粒度应小于  $100\ \mu\text{m}$ ,如矿石化合水或易氧化物含量较高时,粒度应小于  $160\ \mu\text{m}$ 。

注:化合水和易氧化物含量高的规定参见 GB/T 6730.1。

##### 6.2 试样的制备

根据矿石类型,按 6.2.1 或 6.2.2 进行。

###### 6.2.1 矿石中化合水或易氧化物的含量较高,而且硅含量高于 10%(质量分数)。

在硅含量高于 10%(质量分数)的情况下,对下列矿石类型,制备一个空气平衡试样(参见 GB/T 6730.3):

- a) 含有金属铁的加工矿;
- b) 硫含量大于 0.2%(质量分数)的天然或加工矿;
- c) 化合水含量大于 2.5%(质量分数)的天然或加工矿。

###### 6.2.2 在 6.2.1 范围外的矿石。

预干燥试样的制备:将实验室样充分混匀,用份样缩分法采样并在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥试样,作为预干燥试样备用。此部分预干燥试样应按 GB/T 6730.1 的规定。

## 7 分析步骤

**警告:**在进行试料分解的操作(见 7.4.1.1 和 7.4.1.2)过程中应带上护目镜。

### 7.1 测定次数

按附录 A, 对一个预干燥试样至少进行两次独立分析。

注:“独立”是指再次和其后任何一次的测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中, 此条件意味着由同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定, 包括进行适当的再校准。

### 7.2 试料量

按表 1 称取近似量的预干燥试样, 精确至 0.000 2 g。

表 1 试料量

硅含量(质量分数)/%	试料的质量/g
1.00~10.00	1.00
>10.00~15.00	0.50

注: 试料应快速称取, 以免再次吸湿。

### 7.3 空白试验和验证试验

每次操作, 都应在相同条件下与矿石试样平行分析一个同类型矿石标准样品和做一个空白试验。标准样品的预干燥应按 6.2 的规定制备。标准样品和分析样品应为同一类型, 性能应足够相似, 保证标准样品和分析样品的分析程序无变化。

同时分析几个试样时, 只要分析步骤相同且所用试剂来自同一试剂瓶, 空白值可用一个空白试验表示。

同时分析几个相同类型的矿石试样时, 可只带一个标准样品同时分析。

## 7.4 测定

### 7.4.1 试料的分解

#### 7.4.1.1 碱融法(方法 1)

将试料(见 7.2)置于镍坩埚、刚玉坩埚或石墨坩埚(见 5.1), 加 3 g 过氧化钠(见 4.1), 用镍勺(见 5.3)混匀并填实。

将坩埚置于马弗炉(见 5.4)入口处, 温度控制在  $400\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 放置 1 min~2 min。然后将坩埚放入炉中, 控制在同样的温度, 放置 1 h。将坩埚从炉中取出并在干燥器中冷却。

将装有熔融物的坩埚移入 600 mL 低型烧杯中, 盖上表面皿, 小心加 200 mL 热水, 加 50 mL 盐酸(见 4.4)和 25 mL 高氯酸(见 4.7)溶解熔融物。从烧杯中取出坩埚并先后用盐酸(见 4.6)和水清洗, 用一个带橡皮头的玻璃棒将坩埚内壁上的附着物擦下, 将烧杯放在电热板上缓慢加热溶液至熔块完全溶解。

加 1 mL 硫酸(见 4.9)以防止钛沉淀。

偏移烧杯上的表面皿, 并加热至冒浓高氯酸白烟。然后再将表面皿盖严, 继续加热, 直至烧杯中无流动烟雾。保持此阶段, 直至大部分高氯酸已蒸发但要防止蒸干。

使溶液冷却,然后加约 25 mL 盐酸(见 4.5),搅拌并缓慢加热,溶解可溶性盐类,使沉淀物沉降几分钟,然后用约 30 mL 水清洗烧杯壁。接下来按 7.4.2 操作。

注:混合物不应达到熔点。万一发生这种情况,推荐在较低温度下重复操作。

#### 7.4.1.2 酸溶法(方法 2)

将试料(见 7.2)放入 400 mL 的低型烧杯中,并用 5 mL 水湿润。对含氟量大于 0.1%(质量分数)或含氟量未知的矿石,在加 5 mL 水之前,先在装有试料的烧杯中加 0.8 g 硼酸(见 4.2)。

加 50 mL 盐酸(见 4.4)。用表面皿盖上烧杯,在近沸点下缓慢加热,直至试料完全分解。加 1 mL 硝酸(见 4.11),然后加 25 mL 高氯酸(见 4.7)。

加 1 mL 硫酸(见 4.9)以防止钛沉淀。

偏移烧杯上的表面皿,并加热至冒浓高氯酸白烟。再将表面皿盖严,继续加热,直至烧杯中无流动烟雾。保持此阶段,直至大部分高氯酸烟蒸发,但要防止蒸干。

使溶液冷却,然后加 25 mL 盐酸(见 4.5),搅拌并缓慢加热,溶解可溶性盐类,使沉淀物沉降几分钟,加约 30 mL 水混匀并用含小片滤纸或带少量纸浆的致密滤纸过滤。

用带橡皮头的玻璃棒擦烧杯内壁,用水清洗烧杯。残渣用热盐酸(见 4.6)洗三或四次,最后用热水洗至无酸性。

通过下列程序回收该滤液和洗液中的二氧化硅,在滤液和洗液中加入 10 mL 高氯酸(见 4.7)和 1 mL 硫酸(见 4.9),加热到冒浓高氯酸白烟。将表面皿盖严,并继续加热到烧杯中无流动烟雾。保持此阶段,直至大部分高氯酸蒸发掉,但要避免蒸干。重复 5 和 6 段中规定的程序,然后按 7.4.2 中第 2 段继续操作。

将残渣连同滤纸放入铂坩埚(见 5.2)中,干燥,灰化滤纸,最后在马弗炉(见 5.4)中灼烧,温度控制在 750 °C~800 °C。使坩埚冷却,加 2 g~3 g 碳酸钠(见 4.3),用镍勺(见 5.3)混匀并在马弗炉中加热,温度控制在 900 °C~1 000 °C,至完全熔融。

使坩埚冷却,然后放入 600 mL 低型烧杯中,盖上表面皿,加 200 mL 水,50 mL 盐酸(见 4.4),25 mL 高氯酸(见 4.7)。将坩埚从烧杯中取出,然后用盐酸(见 4.6)和水清洗。用带橡皮头的玻璃棒擦去粘附在坩埚壁上的剩余物。将烧杯放在电热板上并缓慢加热溶液,使熔融物溶解。

加 1 mL 硫酸(见 4.9)以防止钛沉淀。

偏移烧杯上的表面皿,并加热至冒浓高氯酸白烟。再将表面皿盖严,继续加热,直至烧杯中无流动烟雾。保持此阶段,直至大部分高氯酸烟蒸发,但要防止蒸干。

使烧杯冷却,然后加 25 mL 盐酸(见 4.5),搅拌并缓慢加热,溶解可溶性盐类。使沉淀物沉降几分钟,然后用约 30 mL 水清洗烧杯壁。立即按 7.4.2 继续操作。

#### 7.4.2 二氧化硅的处理

将 7.4.1.1 或 7.4.1.2 中含有不溶硅的溶液,用有小片滤纸或少量滤纸浆的致密滤纸过滤。用带橡皮头的玻璃棒擦洗烧杯壁并用水洗净烧杯。残渣用热盐酸(见 4.6)洗,然后用热水完全洗净高氯酸,最后用温水洗,直到用硝酸银(见 4.12)检查确认无氟离子为止,保留滤纸上的残渣。对硅含量超过 5%(质量分数)[约 10%(质量分数)的二氧化硅]的矿石,或硅含量未知的矿石,应回收该滤液和洗液中的二氧化硅。

将残渣连同滤纸放入铂坩埚(见 5.2)。缓慢加热蒸干,然后灰化滤纸,并置于温度控制在 1 050 °C±20 °C 的马弗炉(见 5.4)中灼烧 30 min。

在干燥器中冷却并作为不纯硅称重,精确至 0.000 1 g。如上所述重复灼烧直至恒重( $m_1$ )。用几滴水湿润坩埚中的残渣,加 5 滴硫酸(见 4.8),然后按二氧化硅含量加 5 mL~15 mL 氢氟酸(见 4.10)。在抽风橱中缓慢加热挥发二氧化硅和硫酸。蒸发至冒尽三氧化硫白烟,并重复一次。最后将坩埚放在马

弗炉中,温度控制在  $1\ 050\ ^\circ\text{C} \pm 20\ ^\circ\text{C}$ ,加热 15 min。在干燥器中冷却,并作为杂质称量,精确至 0.000 1 g。重复硫酸、氢氟酸处理和灼烧,直至获得恒重( $m_2$ )。

## 8 结果计算

### 8.1 硅含量的计算

硅含量以质量分数  $w_{\text{Si}}$  计,数值用 % 表示,由式(1)计算至四位小数:

$$w_{\text{Si}} = \frac{m_1 - m_2 - (m_3 - m_4)}{m} \times 0.467\ 4 \times K \times 100\ \% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$  ——铂坩埚装有不纯二氧化硅的质量,单位为克(g);

$m_2$  ——铂坩埚装有杂质时的质量,单位为克(g);

$m_3$  ——空白铂坩埚和装有不纯二氧化硅的铂坩埚同时称量的质量,单位为克(g);

$m_4$  ——空白铂坩埚和装有杂质的铂坩埚同时称量的质量,单位为克(g);

$m$  ——试料量,单位为克(g);

0.467 4 ——二氧化硅换算为硅的系数;

$K$  ——如使用预干燥试样(见 6.2.2),则  $K=1$ ,对空气平衡试样(见 6.2.1),由  $K = \frac{100}{100-A}$  所得的换算系数, $A$  是按照 GB/T 6730.3 测定得到的吸湿水质量分数。

### 8.2 分析结果的一般处理

#### 8.2.1 重复性和允许差

本分析方法的精密度由下列回归方程式表示(参见附录 B 和附录 C)。

$$r = 0.009\ 0X + 0.051\ 1 \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$p = 0.009\ 5X + 0.083\ 1 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\sigma_r = 0.003\ 2X + 0.018\ 1 \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$\sigma_L = 0.002\ 7X + 0.024\ 8 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$X$  ——干燥试样的二氧化硅含量,以质量分数表示,如下计算:

- 实验室内式(2)和式(4);重复值的算术平均值;
- 实验室间式(3)和式(5);两个实验室最终结果(见 8.2.3)的算术平均值;

$r$  ——实验室内允许差;

$p$  ——实验室间允许差;

$\sigma_r$  ——实验室内标准偏差;

$\sigma_L$  ——实验室间标准偏差。

#### 8.2.2 分析值的验收

标准样品的分析值与其标准值之间应无明显统计差异。对一种已经至少被 10 家实验室用在准确度和精密度两方面都与本方法类似的方法分析的标准样品,可用式(6)来判断其差异:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{\frac{S_{\text{LC}}^2 + \frac{S_{\text{WC}}^2}{n_{\text{WC}}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots\dots\dots(6)$$



式中:

- $A_c$  —— 标准样品的标准值;
  - $A$  —— 标准样品的分析值或分析值的算术平均值;
  - $S_{LC}$  —— 验证实验室间的标准偏差;
  - $S_{WC}$  —— 验证实验室内的标准偏差;
  - $n_{WC}$  —— 验证实验室中的平均重复测定数目;
  - $N_c$  —— 验证实验室的个数;
  - $n$  —— 是对标准样品的重复测定次数(多数情况下  $n=1$ );
- $\sigma_r$  和  $\sigma_L$  如 8.2.1 所规定。

如果条件式(6)满足,即左边小于或等于右边,则  $|A_c - A|$  无显著统计差异,否则就有显著性统计差异。

当差异显著时,就应和试样一起重新分析。如果差异仍然显著时,应用同样类型矿石的另一个标准样品重复操作。

当试样的两个值的范围超出按 8.2.1 中的式(3)计算出来的  $r$  的极限时,应按附录 A 中的流程图与相同类型矿石的标准样品同时进行一个或多个附加分析。

在任何情况下,试样的分析值的可接受性应视标准样品分析值的可接受性而定。

对标准样品的情况不完全了解时,应使用下列程序:

- a) 如果有充分数据可以估测出实验室的标准偏差,删去  $S_{WC}/n_{WC}$ ,并把  $S_{LC}$  视作实验室间的标准偏差;
- b) 如果只有一个实验室进行鉴定或无中间实验室结果,式(6)则可简化为式(7)。

$$|A_c - A| \leq 2\sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots\dots\dots(7)$$

**8.2.3 最终结果的计算**

二氧化硅的计算最终结果是试样可接受值的算术平均值,在另一种情况下,就是按附录 A 中规定的操作测定。计算到第四位小数,并按下列方法修约到第二位小数:

- 拟舍弃数字的最左一位数字小于 5 时,则舍去,即保留的各位数字不变。
- 拟舍弃数字的最左一位数字大于 5 或虽等于 5 时,而其后并非全部为零的数字时,则进 1,即保留的末位数字加 1。
- 拟舍弃数字的最左一位数字等于 5 时,而其后无数字或全部为零时,若所保留的末位数字为奇数(1、3、5、7、9),则进 1,即保留的末位数字加 1;若所保留的末位数字为偶数(2、4、6、8、0),则舍弃,即保留的末位数字不变。

**8.3 二氧化硅含量的计算**

二氧化硅含量以质量分数计,数值用%表示按式(8)计算:

$$w_{SiO_2} = 2.139 \times w_{Si} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

2.139——硅换算为二氧化硅的系数。

**9 试验报告**

试验报告至少应包括下列信息:

- 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

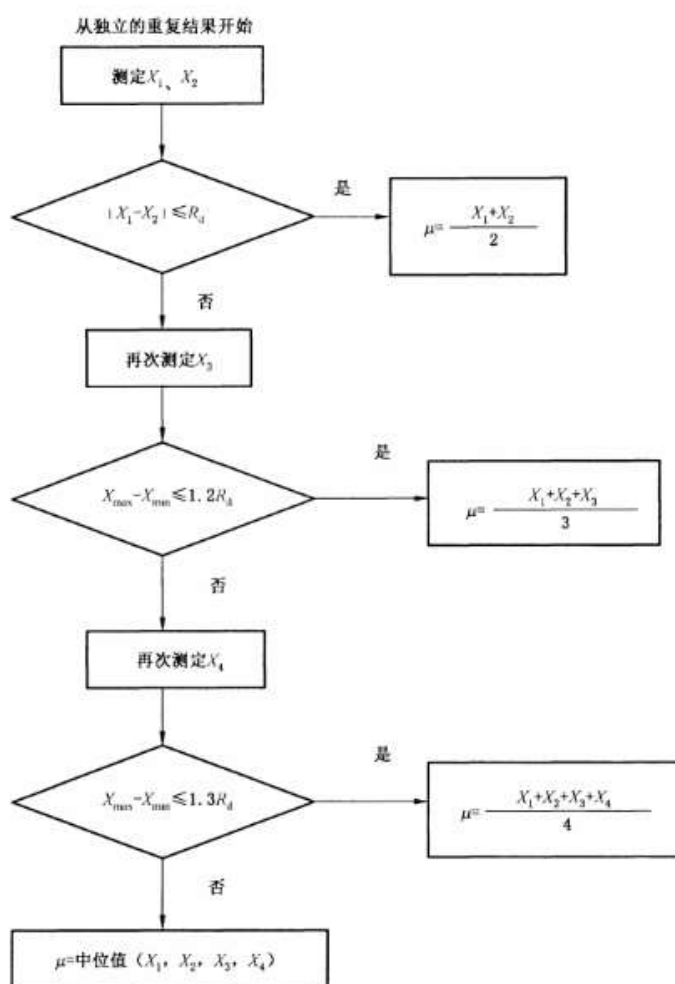


图 A.1 试样分析值接受程序流程图

**附录 B**  
(资料性附录)  
**重复性和允许差公式推导**

8.2.1 中方程式是从 1967~1968 年间和 1970~1971 年间,12 个国家的 28 个实验室对 5 个铁矿石样进行的国际分析试验的结果推导出来的。

精密度数据的图解处理在附录 C 中给出。

所用试样列在表 B.1 中。

注:国际实验报告和结果的统计分析(文件 ISO/TC 102/SC 2 N148 和 N224)可从 ISO/TC 102/SC 2 秘书处或 ISO/TC 102 秘书处获得。

**表 B.1 试样中的硅含量**

试 样	硅含量(质量分数)/%
Palabora 矿	0.19
菲律宾铁砂	1.05
瑞典矿	3.88
英国烧结矿	7.73
克里沃伊罗矿	12.85

附录 C  
(资料性附录)  
国际分析试验中获得的精密度数据

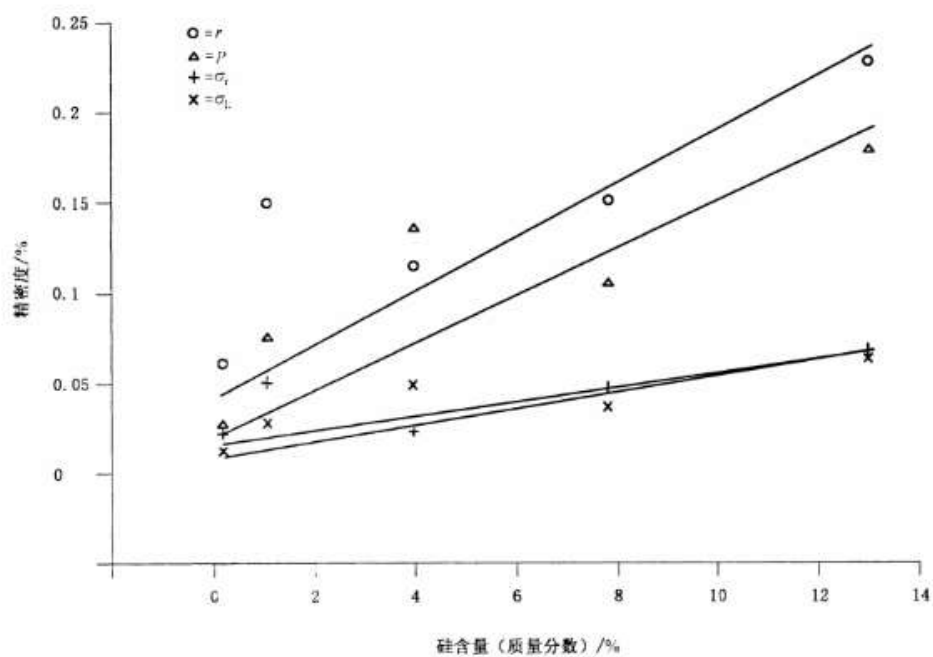


图 C.1 精密度对硅含量的最小二乘方拟合图

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铁 矿 石 硅 含 量 的 测 定 重 量 法  
GB/T 6730.10—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 1 字数 20 千字  
2014年11月第一版 2014年11月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-50088 定价 18.00 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)68510107



GB/T 6730.10-2014