



中华人民共和国国家标准

GB/T 3654.10—2024

代替 GB/T 3654.10—1983

铌铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法

Ferroniobium—Determination of aluminum content—EDTA titrimetric method

2024-05-28 发布

2024-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 3654 的第 10 部分。GB/T 3654 已经发布了以下部分：

- 铌铁化学分析方法 纸上色层分离重量法测定铌、钽量(GB/T 3654.1)；
- 铌铁 铜含量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法(GB/T 3654.2)；
- 铌铁 硅含量的测定 重量法(GB/T 3654.3)；
- 铌铁化学分析方法 燃烧重量法测定碳量(GB/T 3654.4)；
- 铌铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量(GB/T 3654.5)；
- 铌铁 硫含量的测定 燃烧碘量法、次甲基蓝光度法和红外线吸收法(GB/T 3654.6)；
- 铌铁 钛含量的测定 变色酸光度法和二安替比林甲烷光度法(GB/T 3654.8)；
- 铌铁化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钨量(GB/T 3654.9)；
- 铌铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法(GB/T 3654.10)。

本文件代替 GB/T 3654.10—1983《铌铁化学分析方法 EDTA 容量法测定铝量》，与 GB/T 3654.10—1983 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改测定范围为“1.00%~9.00%”(见第 1 章,1983 年版的测定范围)；
- b) 将氢氧化铵更改为氨水(见 5.10、5.11,1983 年版的 2.10、2.11)；
- c) 增加了仪器与设备(见第 6 章)；
- d) 增加了取样和制样(见第 7 章)；
- e) 更改了试样量(见 8.1,1983 年版的 3.1)；
- f) 增加了测定次数(见 8.2)；
- g) 增加了分析结果的表示(见 9.2)；
- h) 用重复性限和再现性限代替了允许差(见第 10 章,1983 年版的第 5 章)；
- i) 增加了试验报告的内容(见第 11 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本文件起草单位：首钢京唐钢铁联合有限责任公司、山东省冶金科学研究院有限公司、西峡县恒基冶材有限公司、青岛远诚创智科技有限公司、河北津西国际贸易有限公司、吉铁铁合金有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：陈新娟、夏振华、张莉、高洪吉、杨燕、吴丽娟、李静、孟丽丽、崔晓翠、丁晓彤、陶智、聂红梅、魏景林、刘冰、叶小爽、王晶、卢春生、刘艳婷。

本文件于 1983 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

由于铌铁检测过程中涉及的检测元素较多,元素的适用范围以及适用方法各不相同。为了保证铌铁检测标准的方便及准确,我们针对铌铁不同元素的分析方法,已经建立了支撑铌铁检测的国家标准体系。GB/T 3654 铌铁系列分析方法是我国铌铁检测的基础标准,拟由以下 9 个部分构成。

- 铌铁化学分析方法 纸上色层分离重量法测定铌、钽量(GB/T 3654.1);
- 铌铁 铜含量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法(GB/T 3654.2);
- 铌铁 硅含量的测定 重量法(GB/T 3654.3);
- 铌铁化学分析方法 燃烧重量法测定碳量(GB/T 3654.4);
- 铌铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量(GB/T 3654.5);
- 铌铁 硫含量的测定 燃烧碘量法、次甲基蓝光度法和红外线吸收法(GB/T 3654.6);
- 铌铁 钛含量的测定 变色酸光度法和二安替比林甲烷光度法(GB/T 3654.8);
- 铌铁化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钨量(GB/T 3654.9);
- 铌铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法(GB/T 3654.10)。

铌铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了采用 EDTA 滴定法测定铌铁中铝含量的方法。

本文件适用于铌铁中铝含量的测定,测定范围(质量分数):1.00%~9.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经过氧化钠-氢氧化钠熔融,以氯化钠溶液浸取,乙醇还原锰,大量的铌、铁、钛等与锰干过滤分离。酸化部分滤液,含钨试液加入过氧化氢,调整溶液酸度至 pH 3~3.5,用苯甲酸铵沉淀铝。经分离后的铝,在酸性溶液中加入过量的 EDTA 溶液。在 pH 5.5~6.2、二甲酚橙指示剂存在下,用锌标准溶液滴定过剩的 EDTA,与铝络合的 EDTA 经氟化钠取代后,再用锌标准溶液滴定。

5 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂,实验用水应为 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或纯度与其相当的水。

5.1 过氧化钠:固体。

5.2 氢氧化钠:固体。