



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.28—2006
代替 GB/T 6730.28—1986

铁矿石 氟含量的测定 离子选择电极法

Iron ores—Determination of fluorine content—
Ion-selective electrode method

(ISO 4694:1987, MOD)

2006-08-16 发布

2007-01-01 实施

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

本标准修改采用 ISO 4694:1987《(铁矿石 氟含量的测定 离子选择电极法)》(英文版)。

本标准与 ISO 4694:1987 比较做了如下修改:

- “1 范围”本标准测定范围(质量分数)的上限由 1% 扩展到 3.00%;
- “7.3.1 试样的分解”,马弗炉中熔融温度由“ $525 \pm 20^\circ\text{C}$ ”改为“ $600^\circ\text{C} \sim 650^\circ\text{C}$ ”;
- “7.3.2 校正溶液的制备”,ISO 标准加 5 mL 氢氧化钠溶液。本标准改为加 5 mL 氢氧化钠溶液,并加 5 mL 盐酸;
- “7.3.2 校准溶液的制备”,ISO 标准采用 7 点绘制校准曲线。本标准采用 8 点绘制校准曲线;
- “7.3.3 测定”,ISO 标准分取 20 mL 试液进行测定。本标准根据含氟量不同,分取不同体积的试液;
- “7.3.3 测定”,ISO 标准不调节试液 pH 值。本标准增加了调节试液 pH 值;
- 本标准增加了采用最小二乘法建立校准曲线方程,根据曲线方程计算氟含量。

本标准代替 GB/T 6730.28—1986《铁矿石化学分析方法 离子选择电极法测定氟量》。

本标准是对 GB/T 6730.28—1986《铁矿石化学分析方法 离子选择电极法测定氟量》的修订,主要存在以下不同:

- 测定范围由“0.01%~1%”修改为“0.005%~3.00%”;
- 原标准采用氢氧化钠和过氧化钠混合熔剂,本标准采用氢氧化钠熔剂;
- 原标准试料量为 0.200 0 g,本标准根据试样含氟量确定试料量;
- 原标准采用柠檬酸-硝酸钾缓冲溶液,在测定前调 pH 值为 6.5,本标准采用柠檬酸缓冲溶液,测定前调 pH 值为 5.0;
- 原标准校准溶液取 12 点,本标准 pH 取 8 点,且浓度不同;
- 原标准采用标样允许差和试样允许差,本标准采用重复性、再现性、室内标准偏差和室间标准偏差方程。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:包钢(集团)公司。

本标准主要起草人:魏春艳、德喜、董玉兰、姜秀琴、薛宝华、杨华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:GB/T 6730.28—1986。

铁矿石 氟含量的测定 离子选择电极法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了离子选择电极法测定氟含量。

本标准适用于天然铁矿石、铁精矿及人造铁矿石中氟含量的测定。测量范围(质量分数):0.005%~3.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

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:确定标准方法的重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004, IDT ISO 5725-2:1994)

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, eqv 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 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991, neq ISO 1042:1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线移液管(GB/T 12808—1991, neq ISO 648:1977)

3 原理

试料用氢氧化钠熔融并溶解于水和盐酸中,干过滤,然后在柠檬酸钠缓冲溶液存在下,调节试液pH为 5.0 ± 0.1 ,用氟离子选择电极直接进行电位法测定。

4 试剂

在分析过程中,只使用确认的分析纯试剂和蒸馏水或相同纯度的水。

4.1 氢氧化钠,粒状、干燥。

4.2 氢氧化钠溶液,300 g/L。

4.3 氢氧化钠溶液,20 g/L。

4.4 盐酸, $\rho_{1.19}$ g/mL。

4.5 盐酸,1+2。

4.6 盐酸,1+9。

4.7 柠檬酸钠缓冲溶液, $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

在1 L烧杯中,称取294.1 g柠檬酸钠溶解于800 mL水中,用盐酸(4.5)调至 $\text{pH} = 5.0 \pm 0.1$ 。移入1 L容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:使用5.5水合柠檬酸三钠时,称取量为357.2 g。

4.8 氟标准溶液,以下4.8.1~4.8.5的溶液应贮存在塑料瓶中。

4.8.1 标准溶液A

将适量氟化钠(纯度大于99.7%)于 105°C 下进行干燥。称取1.108 g干燥过的氟化钠,溶解于水