



中华人民共和国国家标准

GB/T 24190—2009

铁矿石 化合水含量的测定 卡尔费休滴定法

Iron ores—Determination of combined water—
Karl Fischer method

(ISO 7335:1987, MOD)

2009-07-08 发布

2010-04-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铁 矿 石 化 合 水 含 量 的 测 定
卡 尔 费 休 滴 定 法
GB/T 24190—2009

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话 : 68523946 68517548

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 25 千 字
2009 年 10 月 第 一 版 2009 年 10 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-38894

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)68533533

前 言

本标准修改采用 ISO 7335:1987《铁矿石 化合水含量的测定 Karl Fischer 法》(英文版)。

本标准与 ISO 7335:1987 比较,技术内容上主要有如下修改:

- 化合水定义按照《铁矿石和直接还原铁 术语》标准改为“在去除吸湿水后,在 950 °C 温度下加热时才可充分释放出的铁矿石中的那部分水量”。
- 增加卡尔费休溶液标定的方法及计算公式。
- 增加用标准物质标定卡尔费休溶液的方法和计算公式。
- 根据实际市售情况加热管尺寸规格改为 700 mm~800 mm。
- 增加磁搅拌器和搅拌子的材料和速率要求。
- 根据实际市售情况试样舟的尺寸规格改为 55 mm×20 mm×15 mm。
- 增加自动电位滴定仪的使用说明。
- 数值修约按 GB/T 8170 数值修约规则进行。
- ISO 7335:1987 的 8.2.2 分析值的验收方法中对铁矿石标准样品要求提供实验室间标准偏差和实验室内标准偏差,由于目前国内供应的标准样品没有标准样品验证的实验室间的标准偏差和验证的实验室内标准偏差,一般只有标准样品的标准偏差 s 数据,使分析值验收不能执行该方式,因此决定采用标准样品的标准偏差替代标准样品的实验室间和实验室内标准偏差。因 ISO 关于原子吸收光谱法的测定标准,在 1998 年以后出版的标准版本中已采用标准样品的方差 $V_{(Ac)}$,故将 s 更改为 $V_{(Ac)}$ 。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:宝山钢铁股份有限公司。

本标准参加起草单位:嵊泗检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:陈海岚、韩健、陈自斌、胡杰旻、金国宁、王晗、于成峰。

铁矿石 化合水含量的测定

卡尔费休滴定法

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

本标准规定用卡尔费休溶液滴定方法测定铁矿石中的化合水的含量。

本方法适用于化合水含量范围为 0.05%~10%(质量分数)的天然铁矿石、铁精矿和造块,包括烧结产品。

注:术语“化合水”仅指在去除吸湿水后,在 950 °C 温度下加热时才可充分释放出的铁矿石中的那部分水量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款经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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—1991, neq ISO 385:1984)

3 原理

在 105 °C 的加热炉内,在干燥的氮气气氛中加热预干燥试样,使吸湿水释放出来。继续在另一 950 °C 的炉内加热,用乙二醇-甲醇混合液收集释放的化合水。

用电位滴定法检测终点,以卡尔费休溶液测定化合水的含量。

4 试剂

分析中除另有说明外,只使用认可的分析纯试剂、去离子水或同等纯度的水,符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 干燥剂:硅胶,颗粒状,自提示蓝色。

4.2 干燥剂:粒度为 0.8 mm~1.25 mm 的无水高氯酸镁[Mg(ClO₄)₂]或其他合适的干燥剂。

注:高氯酸镁是一种强氧化剂,禁止与有机物接触。处理残留物时,需用大流量的水冲入污水槽。

4.3 氮气:经过滤的、预干燥的无油氮气,每升含氧量小于 10 μL,压力高于大气压大约 35 kPa。

4.4 乙二醇(OHCH₂-CH₂OH)-甲醇(CH₃OH)混合液(1+1):每次使用该混合溶液之前,均应测试游离水含量,如游离水分大于 0.05%(质量分数),不宜使用。

注:无水乙二醇可代替该混合溶液使用。但在此情况下,卡尔费休溶液必须含适量的甲醇。

4.5 卡尔费休溶液(2.5 mg/mL~3.0 mg/mL):该溶液应在使用的当日用下列物质之一标定:

a) 水-甲醇标准溶液。