



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.54—2004

铁矿石 铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Iron ores—Determination of lead content
—Flame atomic absorption spectrometric method

(ISO 13311:1997, MOD)

2004-03-24 发布

2004-09-01 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

本标准修改采用国际标准 ISO 13311:1997《铁矿石 铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。

本标准与国际标准 ISO 13310:1997 相比较,做了如下修改:

- a) ISO 13311:1997 的“3 原理”条没有明确测定波长 283.3 nm,本标准在该条予以明确。
- b) ISO 13311:1997 的“5 仪器”条没有列出分析所需“30 mL 铂坩埚”和“200 mL 分液漏斗”,本标准分别在 5.1 条和 5.3 条中加以补充。
- c) ISO 13311:1997 的“7.5.2”条中碳酸钠的用量,在本标准中由“0.5 g”增加为“1.00 g”,使残渣更易熔解完全。本标准“表 1 试液的分取”中对“补加碳酸钠的量”也相应进行了修改。

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。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准主要起草单位:宝山钢铁股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:陈英颖、徐元财、纪红玲、刘小平、王伟敏、朱莉。

铁矿石 铅含量的测定

火焰原子吸收光谱法

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

本标准规定了火焰原子吸收光谱法测定铁矿石中铅含量。

本标准适用于天然铁矿石、铁精矿和块矿,包括烧结产品中铅含量的测定。测定范围(质量分数): 0.001%~0.500%。

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 6682 分析实验室用水规范和试验方法(neq ISO 3697:1987)

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

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

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

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(eqv ISO 648:1977)

3 原理

试样用盐酸和氢氟酸分解,除去二氧化硅,硝酸氧化。盐酸溶解盐类,过滤。残渣经灰化、灼烧后,用碳酸钠熔融,在盐酸中浸取熔融物,保留残渣回收液。滤液用 4-甲基-2-戊酮(MIBK)萃取分离铁,回收水相。用硝酸破坏剩余的 4-甲基-2-戊酮(MIBK)并挥发至近干,用盐酸溶解盐类与残渣回收液合并。在原子吸收光谱仪上,用空气-乙炔火焰,于波长 283.3 nm 处测量吸光度。

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 碳酸钠(Na_2CO_3),无水。

4.2 4-甲基-2-戊酮(MIBK)。

4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.4 盐酸(10+6):以盐酸(ρ 1.19 g/mL)稀释。

4.5 盐酸(1+1):以盐酸(ρ 1.19 g/mL)稀释。

4.6 盐酸(2+98):以盐酸(ρ 1.19 g/mL)稀释。

4.7 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.8 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

4.9 铅标准溶液

4.9.1 铅标准储备液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 1.000 0 g 金属铅(纯度>99.9%),加 20 mL 水和 20 mL 硝