



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.58—2004

铁矿石 钒含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Iron ores—Determination of vanadium content—
Flame atomic absorption spectrometric methods

(ISO 9684:1991, 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 9684:1991《铁矿石 钒含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。

本标准与国际标准 ISO 9684:1991 比较,主要做了如下修改:

- a) 本标准增加 4.13 条碳酸钠溶液。
- b) ISO 9684:1991 中的 4.20、4.21 配置钒校准溶液的方法,在本标准中放到 7.4.4 和 7.5.3,并且 ISO 9684:1991 的 4.20 中规定蒸发至 50 mL,由于测定时定容的体积是 25 mL,故本标准在此修改为 20 mL。
- c) ISO 9684:1991 中的 7.5.2 和 7.6.2 规定 0.3 g 碳酸钠在高温炉内熔融 30 min,通过试验本标准修改成 1.0 g 碳酸钠在高温炉内熔融 15 min。
- d) ISO 9684:1991 的 8.2.2 条款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的实验室间标准偏差和实验室内标准偏差,一般只有标准偏差,而在 1998 年以后出版的有关铁矿石原子吸收光谱法 ISO 标准的相关部分则要求采用标准样品的方差 $V_{(Ac)}$,故本标准对分析值的验收方法采用新版铁矿石原子吸收光谱法标准中使用的标准样品方差 $V_{(Ac)}$ 的方法,来代替 ISO 9684:1991 中相应部分。

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:陈海岚、王晗、朱岚、郭洪涛、陈自斌。

铁矿石 钒含量的测定

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钒含量。

本标准适用于天然铁矿石、铁精矿和烧结矿,包括烧结产品中钒含量的测定。测定范围(质量分数):方法1为0.005%~0.05%,方法2为0.05%~0.5%。

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

在聚四氟乙烯(PTFE)烧杯中用盐酸溶解试样,加入氢氟酸和硝酸,并蒸发至干。再加入盐酸和硼酸蒸发至干。用盐酸和硝酸溶解盐类(方法1),或用盐酸溶解(方法2),过滤,灼烧残渣,并用碳酸钠熔融,在滤液中溶解冷却的熔融物。

萃取(方法1采用):在铈(IV)氧化溶液中,加入磷酸和钨酸钠溶液,用1+1的1-戊醇和4-甲基-2-戊酮混和试剂萃取钒,用水处理有机相,然后加入抗坏血酸溶液将钒萃取到水相中。

测量(方法1和方法2采用):向试液中加入氯化铝溶液,并稀释到一定的体积。在原子吸收光谱仪上,把试液喷入氧化亚氮-乙炔火焰中,在波长318.5 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 硼酸(H_3BO_3)。

4.3 氧化铁,纯度(质量分数)大于99.9%,钒含量(质量分数)小于0.002%。

4.4 1-戊醇。

4.5 4-甲基-2-戊酮(甲基异丁基酮,MIBK)。

4.6 硝酸(ρ 1.4 g/mL)。

4.7 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。