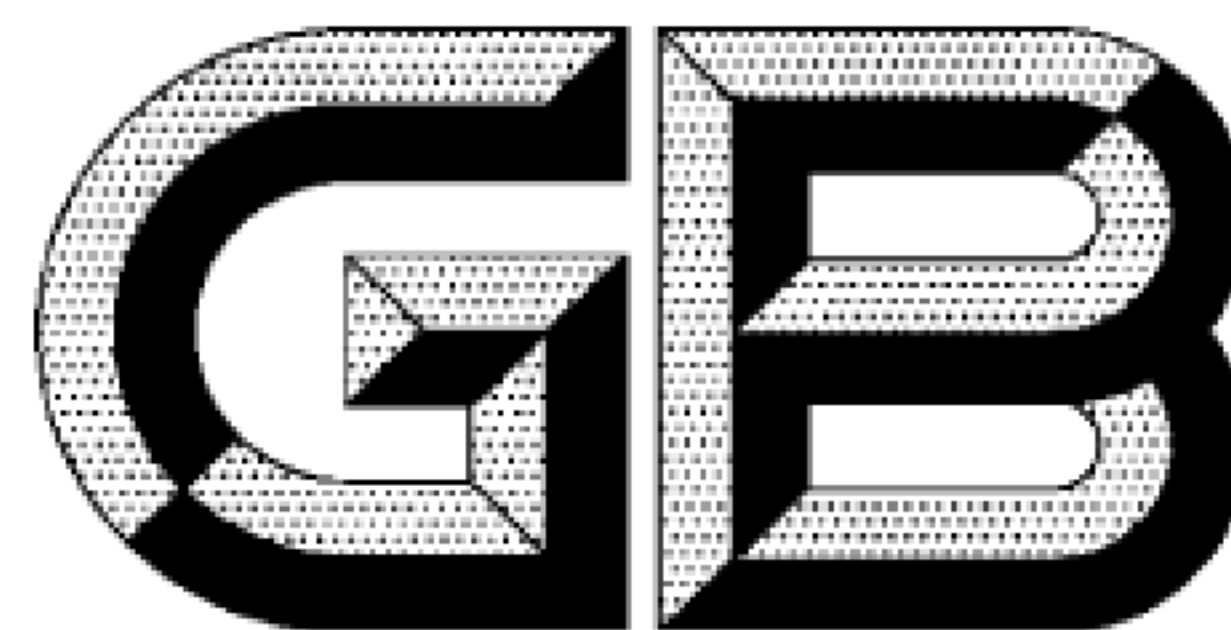




中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.7—2016
代替 GB/T 6730.7—1986

铁矿石 金属铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法

Iron ores—Determination of metallic iron content—Sulfosalicylic acid
spectrophotometric method

2016-10-13 发布

2017-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6730.7—1986《铁矿石化学分析方法 磺基水杨酸光度法测定金属铁量》。与 GB/T 6730.7—1986 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 将名称修改为《铁矿石 金属铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法》;
- 增加了“警告”“规范性引用文件”“仪器”“试验报告”“附录 B”等内容;
- 修改了分离非磁性物质的处理操作,由外磁选改为内磁选;
- 修改了测定操作,移取体积由 20.00 mL 改为 10.00 mL,定容体积由 100 mL 改为 50 mL,同时相应调整了试剂用量。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分主要起草单位:长沙矿冶研究院有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:傅饶、符招弟、喻星、杨炳红、张艳莉、刘争达、曾浩、杨林、陈述。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6730.7—1986。

铁矿石 金属铁含量的测定

磺基水杨酸分光光度法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 6730 的本部分规定了用磺基水杨酸分光光度法测定金属铁含量。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中金属铁含量的测定。测定范围(质量分数): 0.020%~0.300%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试料的制备

GB/T 6730.3 铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量

GB/T 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

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 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 原理

试料经过磁选后,以氯化高汞-水杨酸钠乙醇溶液进行搅拌浸取,使金属铁和其他铁化合物进行分离,然后以磺基水杨酸光度法于波长 460 nm 处测定铁含量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上蒸馏水或去离子水或与其纯度相当的水。

4.1 盐酸,2+1。

4.2 过氧化氢,1+9。

4.3 无水乙醇。

4.4 氯化高汞-水杨酸钠混合溶液,称取 2.5 g 氯化高汞和 3 g 水杨酸钠溶于 100 mL 95%乙醇中。

4.5 磺基水杨酸溶液,100 g/L。

称取 100 g 磺基水杨酸溶于 500 mL 水中,以氨水(1+1)中和至对硝基酚指示剂(0.1%)变色,以水稀释至 1 L,混匀。

4.6 缓冲溶液,pH 为 6~7。

称取 500 g 乙酸钠($\text{NaAc} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 盐酸(1+4)中,微热至 60 °C~70 °C,待试剂溶解后,冷却,以水稀释至 1 L,混匀。

4.7 铁标准溶液,50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取 0.100 0 g 纯铁(99.99%以上),加入 15 mL 盐酸($\rho=1.19 \text{ g}/\text{mL}$)溶解,滴加 3 滴~5 滴过氧化氢(见 4.2),将溶液蒸发至体积约为 10 mL。冷却后,移入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 50.00 μg 铁。

5 仪器

分析中,仅用通常的实验室仪器,所用的单标线容量瓶、分度吸量管和单标线吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

5.1 玻璃培养皿,直径 9 cm~12 cm。

5.2 铁氧体磁铁,磁场强度 1 000 Oe。

5.3 无磁性金属铁芯搅拌子。

5.4 可控速磁力搅拌器。

5.5 分光光度计,符合 GB/T 7729 的规定。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

分析用实验室试样应按 GB/T 10322.1 进行取样和制备,粒度应小于 100 μm 。如试样中化合水或易氧化物含量较高时,其粒度应小于 160 μm 。

注:化合水和易氧化物含量高的规定见 GB/T 6730.1。

6.2 试样的制备

6.2.1 化合水或易氧化物含量较高的矿石

下列类型的矿石,按 GB/T 6730.3 的规定制备空气平衡试样:

- a) 含金属铁的加工矿;
- b) 含硫量大于 0.2%的天然或加工矿;
- c) 含化合水大于 0.2%的天然或加工矿。

6.2.2 除 6.2.1 范围外的矿石

充分混匀实验室试样,按 GB/T 6730.1 的规定,在 105 °C $\pm$ 2 °C 温度下干燥试样,于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一试样,至少独立测定两次。

注：“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中，此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定，包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

称取 0.50 g 试料，精确到 0.000 1 g。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶。

7.4 校正试验

随同试料分析同类型的标准样品。

7.5 测定

7.5.1 分离

将试料(见 7.2)置于干燥的培养皿中，加入 15 mL~20 mL 无水乙醇(见 4.3)，混匀，把场强 1 000 Oe 的铁氧体磁铁(见 5.2)一端置入干净小烧杯(小烧杯直径略大于磁铁即可)内，用小烧杯在培养皿内轻轻地研磨试料数圈，提起小烧杯，用装有乙醇的细口洗瓶吹洗掉非磁性物质，把小烧杯移到 250 mL 玻璃烧杯上方，取出磁铁，用乙醇洗瓶把附着于小烧杯壁上的磁性物质洗入 250 mL 烧杯中。重复以上磁选步骤 5 次以上，至培养皿中无磁性物质吸附(如非磁性矿物难以分离，可先洗入另一个培养皿中，重复上述磁选步骤，最后洗入 250 mL 烧杯)。

7.5.2 浸取

用磁铁在烧杯外紧贴底部吸附住磁性物质，慢慢倾倒出带入的少量非磁性矿物及乙醇。加入 25 mL 氯化高汞-水杨酸钠混合溶液(见 4.4)，放入金属铁芯搅拌子(见 5.3)，盖上表面皿，置于磁力搅拌器(见 5.4)上以转速 200 r/min 搅拌 40 min，将溶液及残渣移入 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

7.5.3 显色

静置 10 min~15 min，用中速定性滤纸干过滤，弃去最初 5 mL 滤液，移取 10.00 mL 滤液置于 50 mL 容量瓶中，加 3 滴盐酸(见 4.1)、3 滴过氧化氢(见 4.2)，将容量瓶置于沸水浴中加热至清亮，取下冷却，加入 5 mL 磺基水杨酸溶液(见 4.5)、5 mL 缓冲溶液(见 4.6)，用水稀释至刻度，混匀。

7.5.4 测量

放置 10 min 后，将部分溶液移入 3 cm 比色皿中，以随同试料空白为参比，用分光光度计于波长 460 nm 处测量其吸光度，从校准曲线上查出相应的铁含量。

7.6 校准曲线的绘制

移取 10.00 mL 空白试验溶液 6 份，移入 6 个 50 mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铁标准溶液(见 4.7)、3 滴盐酸(见 4.1)、3 滴过氧化氢(见 4.2)，将容量瓶置于沸水浴中加热至清亮，冷却后加入 5 mL 磺基水杨酸溶液(见 4.5)、5 mL 缓冲溶液(见 4.6)，用水稀释至刻度。放置 10 min 后，以不加铁标准溶液的一份为参比，用 3 cm 比色皿在分光光度计于波长 460 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标，以吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

注：废液回收处理参照附录 B 执行。

8 分析结果及其表示

8.1 金属铁含量的计算

按式(1)计算试样中金属铁含量(质量分数) w_{MFe} ,以%表示:

$$w_{\text{MFe}} = \frac{V \times m_1}{V_1 \times m_2 \times 10^6} \times K \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得的金属铁量,单位为微克(μg);
- m_2 ——称取的试料量,单位为克(g);
- V ——试液定容体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取的试液体积,单位为毫升(mL);
- K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数(如使用预干燥试样则 $K = 1$), A 是按照 GB/T 6730.3 测定得到的吸湿水质量分数。

8.2 结果的一般处理

8.2.1 允许差

表 1 允许差 %

金属铁量(质量分数)	允许差
0.020~0.100	0.010
>0.100~0.300	0.025

8.2.2 分析结果的确定

根据附录 A 的程序,按式(1)计算独立重复测量结果,并与允许差进行比较,来确定分析结果。

8.2.3 最终结果的计算

最终结果是试样可接受值的算术平均值,或者是按附录 A 中规定的操作测得的值,分析结果按 GB/T 8170 的规定修约到小数点后三位。

9 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本部分编号;
- d) 样品识别必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 结果的测定次数;
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性附录)
试样分析值验收流程图

试样分析值验收流程见图 A.1。

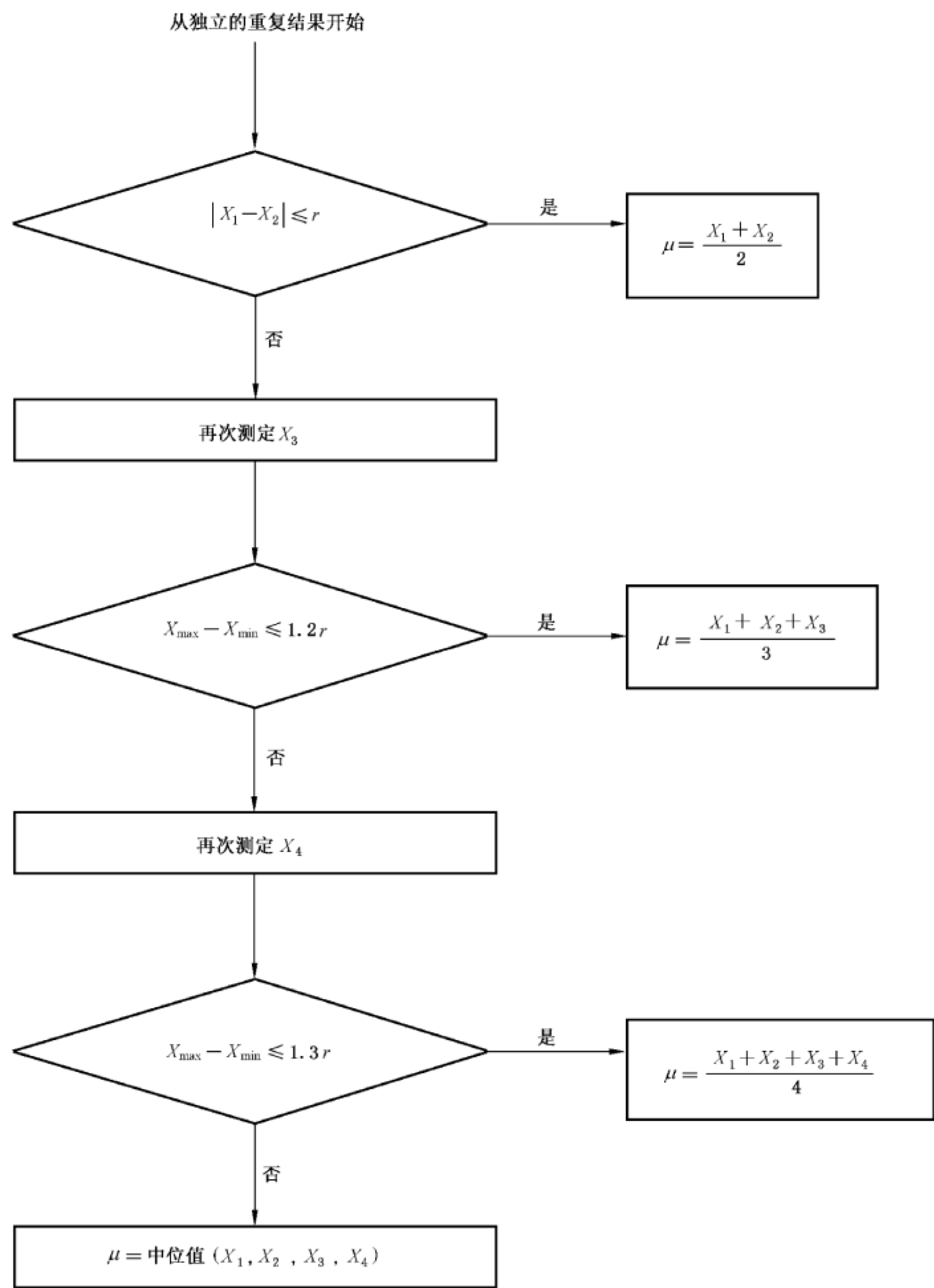


图 A.1 试验样分析值接受程序流程图

附录 B

(资料性附录)

试验废液的回收

测定金属铁含量后的废液中含有汞,这种废液应收集起来,以便将其中的汞去除,避免污染环境。

处理装置如下:

用 3 个 10 L 的塑料瓶如图 B.1 所示连接(连接装置上的膨胀室,如果发生剧烈反应时,可用于减压)。瓶 a)、瓶 b)每只瓶子装有 3 kg 铝条或铁条以便诱发汞的电化学沉淀。

瓶 c) 中的废液进入中和装置后最终排放掉。聚积有汞的金属条定期取出、收集, 然后送到回收厂, 必要时更换铝条或铁条。

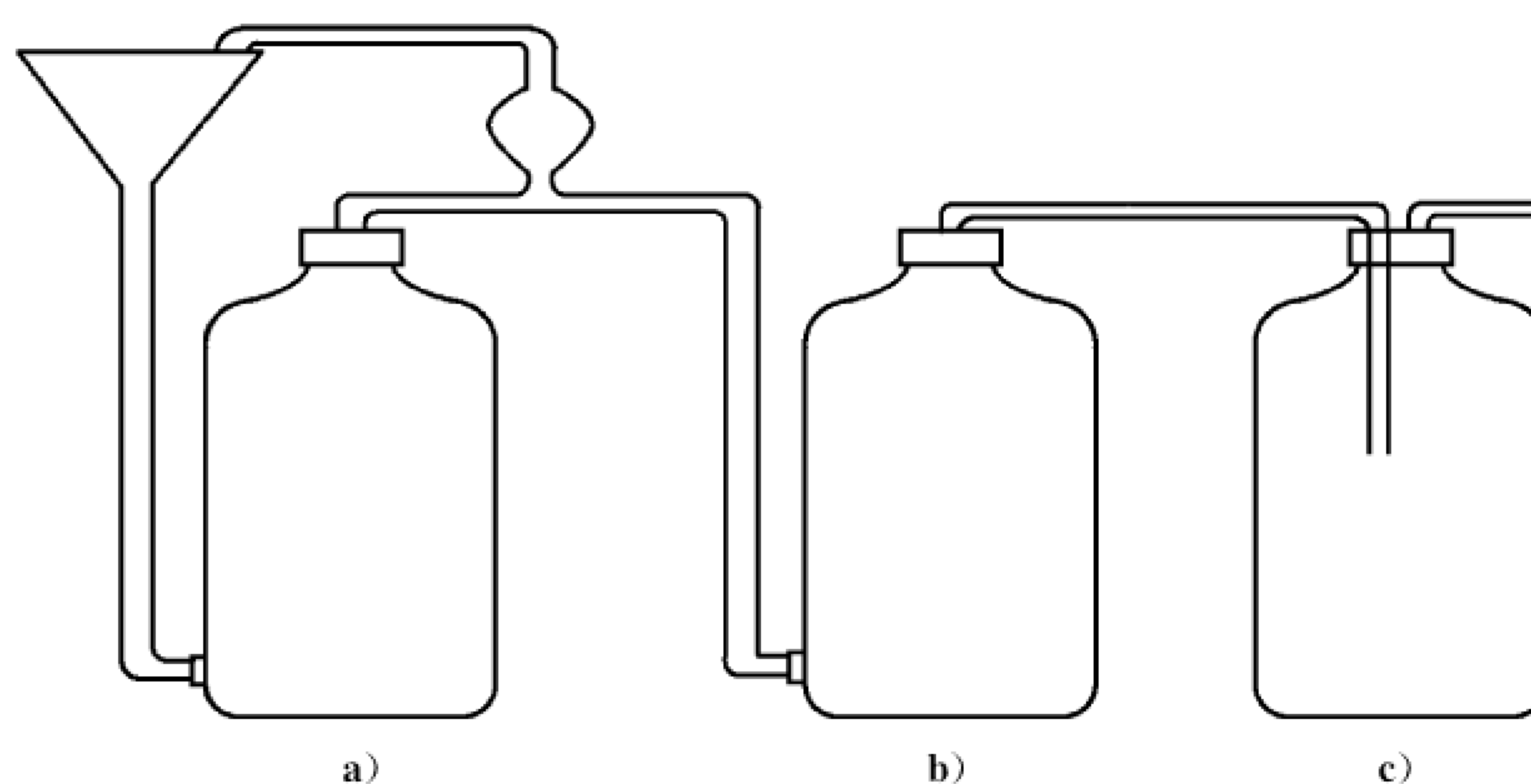


图 B.1 废液除汞装置

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铁矿石 金属铁含量的测定
磺基水杨酸分光光度法

GB/T 6730.7—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

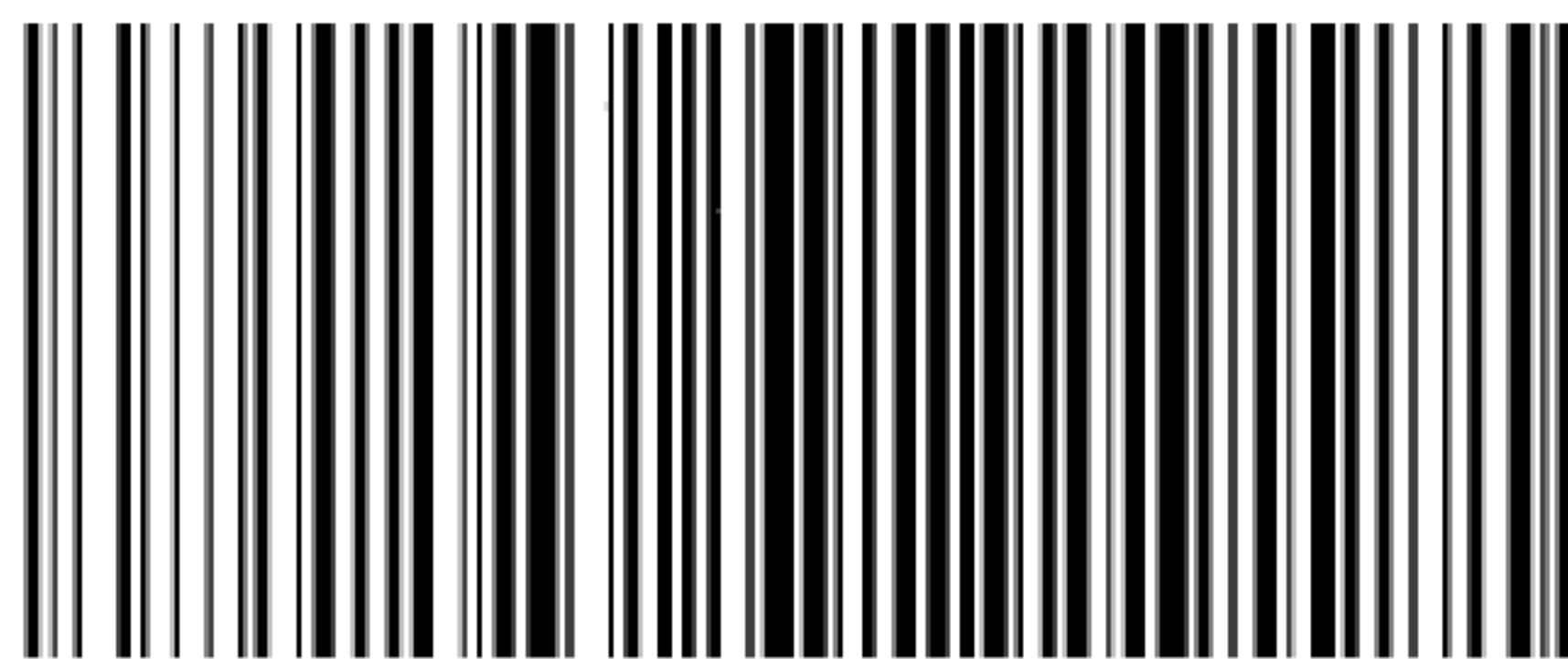
服务热线: 400-168-0010

2016年10月第一版

*

书号: 155066 · 1-55283

版权专有 侵权必究



GB/T 6730.7-2016