

ICS 73.060.10
D 31



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.46—2006
代替 GB/T 6730.46—1986

GB/T 6730.46—2006

铁矿石 砷含量的测定 蒸馏分离-砷钼蓝分光光度法

Iron ores—Determination of arsenic content—Arseno-molybdenum blue
spectrophotometric method after the distillation separation

(ISO 7834:1987 Iron ores—Determination of arsenic content
—Molybdenum blue spectrophotometric method, MOD)

中华人民共和国
国家标准
铁矿石 砷含量的测定
蒸馏分离-砷钼蓝分光光度法
GB/T 6730.46—2006

*

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.bzcs.com

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 18 千字

2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

*

书号:155066·1-28958 定价 16.00 元

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



GB/T 6730.46—2006

2006-11-01 发布

2007-02-01 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

GB/T 6730 的本部分修改采用 ISO 7834:1987《铁矿石 砷含量的测定 钼蓝分光光度法》。

本部分与 ISO 7834:1987 比较,主要作了如下修改:

——规范性引用文件中引用的国际标准修改为相对应的我国国家标准;

——本部分在 5.1 中的铂或玻璃碳坩埚增加了镍坩埚;

——对第 8 章“结果计算”进行了修改,ISO 7834:1987 标准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,而 ISO 同类标准中 1998 年以后出版的同类标准则要求采用标准样品的方差 $V(A_c)$,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,故本部分对分析值的验收方法采用新版标准中使用的标准样品方差 $V(A_c)$ 的方法,来替代标准样品的实验室间和实验室内标准偏差。也就是本部分采用的是 ISO 新版的分析值的验收方法,本部分第 8 章中的计算公式相应地进行了调整。

本部分代替 GB/T 6730.46—1986《铁矿石化学分析方法 萃取分离-砷钼蓝光度法测定砷量》。本部分与 GB/T 6730.46—1986 相比,主要变化如下:

——GB/T 6730.46—1986 测定范围较窄,分析中使用的苯对人体和环境会造成危害;

——本部分降低了砷含量测定范围的下限,由 0.01% 修改为 0.000 1%,并且提高了分析的准确度。

本部分的附录 A 为规范性附录,附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:湖南华菱湘潭钢铁有限公司。

本部分主要起草人:沈真、杜登福、谭莉莉、雷民。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 6730.46—1986。

附录 B
(资料性附录)

重复性和允许差方程式的推导

在 8.2.1 中的回归方程式是 1979/1980 年由 6 个国家 20 个试验室对 5 个铁矿石试样(见表 B.1)所做的国际分析试验结果推导出来的。

精密度数据见附录 C 中图 C.1 所示。

表 B.1 国际试验用试样

试 样		砷含量/($\mu\text{g/g}$)
巴西矿	巴西 77-3	2.3
Mt Newman 矿	澳大利亚 79-12	11.8
Baeckegruvan 矿	瑞典 79-3	56.4
洛林矿	法国 79-4	261.0
ViaLdi 矿	西班牙 79-11	798.0

注 1: 国际试验报告和结果统计分析(ISO/TC 102/SC2 N605 E 文件 1980, 8)可从 ISO/TC 102/SC2 和 ISO/TC 102 秘书处得到。

注 2: 统计分析是按 ISO 5725 中的原理进行的。

铁矿石 砷含量的测定 蒸馏分离-砷钼蓝分光光度法

警告:使用 GB/T 6730 的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 的本部分规定了用蒸馏分离-砷钼蓝分光光度法测定砷含量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿和造块,包括烧结产品中砷含量的测定。测定范围(质量分数)为 0.000 1%~0.1%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6730 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备(GB/T 6730.1—1986, idt 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, eqv ISO 1042:1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991, eqv ISO 648:1977)

3 原理

用过氧化钠熔融分解试样,用水和盐酸浸取。将溶液移入蒸馏瓶中蒸去部分溶液,用溴化钾和硫酸胂处理,随后调整酸度。蒸馏三氯化砷并将蒸馏物收集在硝酸中。蒸发至干并在控制温度下烘焙,随后用钼酸铵-胂试剂还原成砷钼蓝配合物。在波长 840 nm 处用分光光度计测量吸光度。

4 试剂

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。

注:为了试样在最低砷含量(<20 $\mu\text{g/g}$)时获得可靠的数值,要对试剂进行选择和纯化,以便利用 20 mm 光径的比色皿所测得的空白试验吸光度不大于 0.025,相当于 1 μg 砷。尤其是硝酸可能需要重新蒸馏,或仪器可能需要更严格的清洗。

4.1 过氧化钠,细粉。

4.2 溴化钾。

4.3 硫酸胂。

4.4 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

4.5 硝酸, 1+1。

4.6 硫酸, ρ 1.84 g/mL。不含磷。

4.7 钼酸铵溶液, 10 g/L。