

附录 A
(规范性附录)

试样分析值接受程序流程图

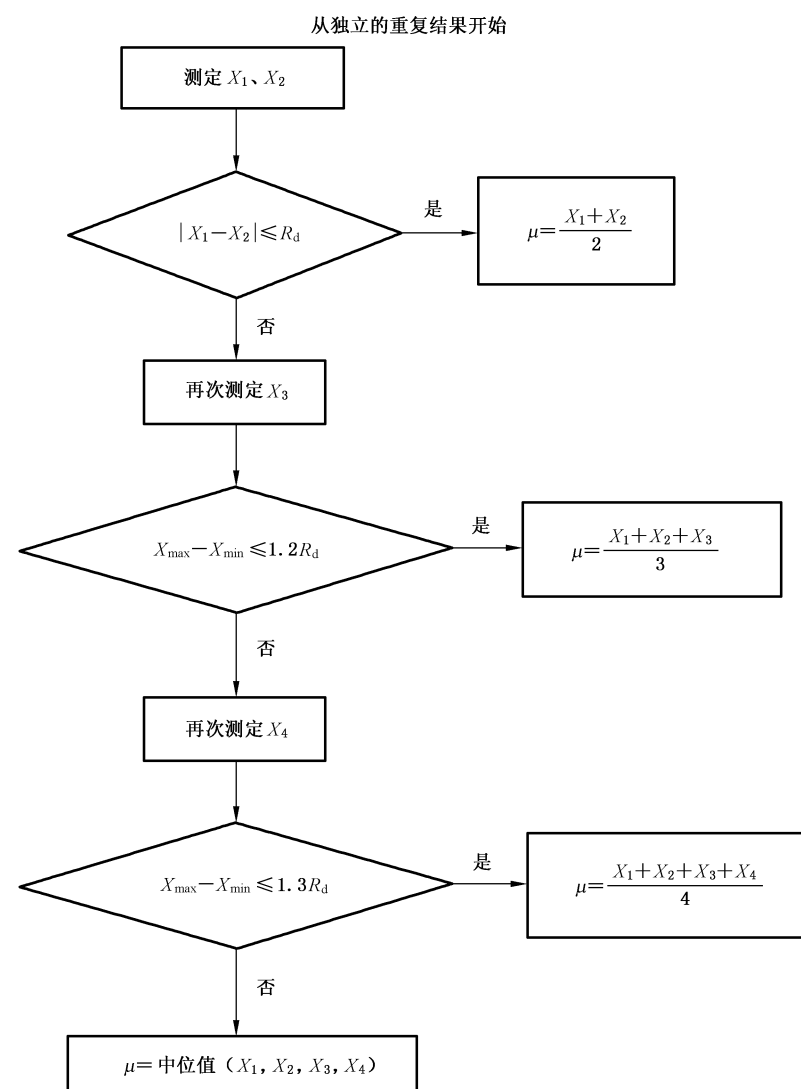


图 A. 1

GB/T 6730.25—2006

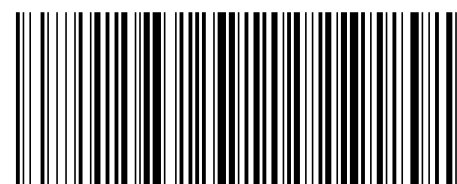


中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.25—2006
代替 GB/T 6730.25—1986

铁矿石 稀土总量的测定 草酸盐重量法

Iron ores—Determination of total rare earth contents—
Oxalate gravimetric method



GB/T 6730.25—2006

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-28957

定价: 10.00 元

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

下,稍冷,加 5 mL 盐酸(4.9)、60 mL 水,加热溶解盐类,以中速滤纸过滤,用盐酸(4.11)洗净烧杯,并洗涤沉淀 6 次~7 次,滤液盛于 300 mL 烧杯中。

7.4.3 沉淀、称量

将滤液用水稀释至 100 mL 左右,加热煮沸,取下,加 40mL 热的草酸(4.16),加 8 滴百里酚蓝指示剂溶液(4.18),用氨水(4.13)中和至溶液呈黄色,再以盐酸(4.10)调至微红色(pH 值为 1.52),加热煮沸,保温 30 min,放置 2 h~4 h。用慢速定量滤纸过滤,用草酸(4.17)洗涤烧杯 2 次~3 次,洗涤沉淀 7 次~8 次。将沉淀连同滤纸置于已恒量的铂坩埚中,灰化,在 900℃灼烧 40 min,取出置于干燥器中,冷至室温,称其质量,重复操作,直至恒量。

7.4.4 钪含量的测定

按照 GB/T 12690.12 对沉淀物的稀土含量进行测定。

8 结果计算

8.1 稀土含量的计算

按式(1)计算试样中稀土含量 $w(\text{REO})$,以质量分数表示:

$$w(\text{REO}) = \frac{(m_2 - m_1 - m_3 - m_4)}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_2 ——坩埚及氧化物的质量,单位为克(g);
- m_1 ——坩埚的质量,单位为克(g);
- m_3 ——氧化钪的质量,单位为(g);
- m_4 ——随同试样空白的质量,单位为克(g);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

稀土氧化物含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.500~1.000	0.050
>1.00~2.00	0.10
>2.00~5.00	0.15
>5.00~8.00	0.20
>8.00~10.00	0.25

9 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 测试实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本部分的编号;
- d) 试样本身必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 标准样品名称和结果;
- g) 测定过程中存在的任何异常特性和在本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

中华人民共和国
国家标准
铁矿石 稀土总量的测定
草酸盐重量法

GB/T 6730.25—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.bzcb.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 0.5 字数 10 千字

2007 年 3 月第一版 2007 年 3 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-28957 定价 10.00 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

- 4.10 盐酸,1+1。以盐酸(4.6)稀释。
 4.11 盐酸,1+99。以盐酸(4.6)稀释。
 4.12 盐酸,1+49。以盐酸(4.6)稀释。
 4.13 氨水,1+1。
 4.14 氢氧化钠洗液,20 g/L。
 4.15 三乙醇胺,5+95。
 4.16 草酸溶液,100 g/L。
 4.17 草酸洗液,10 g/L。

称取 1 g 草酸,溶于 100 mL 水中,用氨水调节 pH 值为 1.5~1.7。

- 4.18 百里酚蓝指示剂溶液,1 g/L。

称取 0.1 g 百里酚兰,加入 4.3 mL 氢氧化钠(4.14)溶解,加水稀释至 100 mL。

5 仪器

除非另有规定,所有移液管和容量瓶应是符合 GB/T 12808 和 GB/T 12806 的规定。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样。一般试样粒度应小于 100 μm 。如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 160 μm 。

6.2 预干燥试样的制备

充分混匀实验室试样,缩分法取样。按照 GB/T 6730.1 在 105 $^{\circ}\text{C}$ ±2 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥试样。

7 分析步骤

7.1 测定次数

按照附录 A,对同一预干燥试样,至少独立测定 2 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 0.5 g 预干燥试样(6.2),准确至 0.000 1 g。

7.3 空白试验及验证试验

7.3.1 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3.2 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

7.4 测定

7.4.1 试料的分解

将试料(7.2)置于盛有预先烘去水分的 7 g~8 g 氢氧化钠(4.1)的刚玉坩埚中,加 4 g 过氧化钠(4.2),在 750 $^{\circ}\text{C}$ 熔融至红色透明约 3 min~4min,其中摇动 2 次,取出冷却。

7.4.2 分离

将坩埚移入一盛有 100 mL 三乙醇胺(4.15)(溶液不易过热)和 1 g EDTA(4.3)及少许盐酸羟胺(4.5)的 400 mL 烧杯中,待剧烈反应停止后,置低温处加热至沸,取下,洗出坩埚。将溶液煮沸数分钟,稍冷后,用中速滤纸过滤,用氢氧化钠洗液(4.14)洗涤烧杯及沉淀 6 次~7 次。将沉淀连同滤纸移入原烧杯中,加 15 mL~20 mL 硝酸(4.6)、5 mL~8 mL 高氯酸(4.7),加热至冒浓厚白烟 3 min~5min,取

前 言

GB/T 6730 的本部分代替 GB/T 6730.25—1986《铁矿石化学分析方法 重量法测定稀土总量》。

本部分与 GB/T 6730.25—1986 比较,主要变化如下:

——标准名称由《铁矿石化学分析方法 重量法测定稀土总量》修改为《铁矿石 稀土总量的测定 草酸盐重量法》;

——测定稀土总量的测定范围(质量分数)由 0.500%~8.00%修订为 0.500%~10.00%;

——试样分解温度由 700 $^{\circ}\text{C}$ 修改为 750 $^{\circ}\text{C}$;

——沉淀灼烧温度由 850 $^{\circ}\text{C}$ 改为 900 $^{\circ}\text{C}$;

——钪量由分光光度法改为用国家标准分析方法“GB/T 12690.12—2003 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法和电感耦合等离子体质谱法”对沉淀物的含钪量进行测定。

本部分的附录 A 为规范性附录。

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。

本部分主要起草单位:包头稀土研究院。

本部分主要起草人:许涛、张宏强。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 6730.25—1986。