



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.24—2006  
代替 GB/T 6730.24—1986

---

## 铁矿石 稀土总量的测定 萃取分离-偶氮氯膦 mA 分光光度法

Iron ores—Determination of total rare earth contents—  
Chlorophosphonazo mA spectrophotometric method

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 的本部分代替 GB/T 6730.24—1986《铁矿石化学分析方法 偶氮胂Ⅲ光度法测定稀土总量》。

本部分与 GB/T 6730.24—1986 比较,主要变化如下:

——标准名称由《铁矿石化学分析方法 偶氮胂Ⅲ光度法测定稀土总量》修改为《铁矿石 稀土总量的测定 萃取分离-偶氮氯膦 mA 分光光度法》;

——为提高灵敏度,将显色剂由原来的偶氮胂Ⅲ改为偶氮氯膦 mA。

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:张宏强、李玉梅、耿彩霞、刘秀芳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 6730.24—1986。



## 铁矿石 稀土总量的测定

### 萃取分离-偶氮氯膦 mA 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 的本部分规定了偶氮氯膦 mA 分光光度法测定稀土总量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿和块矿,包括烧结产品中稀土总量(以氧化物表示)的测定。测定范围(质量分数)为 0.020~1.00%。

#### 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

试样经碱熔,盐酸浸取熔融物,在弱酸性介质中,用 PMBP-苯萃取分离干扰元素,在酸性介质中,偶氮氯膦 mA 与稀土元素生成有色络合物,在波长 672 nm 处测量吸光度,借此测定稀土总量。

#### 4 试剂与材料

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-四硼酸钠混合熔剂

将 2 份无水碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )和 1 份无水四硼酸钠( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ )均匀混合,制备成混合熔剂。

4.2 盐酸,  $\rho_{1.19}$  g/mL。

4.3 氨水,  $\rho_{1.42}$  g/mL。

4.4 抗坏血酸, 100 g/L。用时现配。

4.5 盐酸, 1+24。以盐酸(4.2)稀释。

4.6 氨水, 1+4。以氨水(4.3)稀释。

4.7 硫氰酸铵溶液, 6.00 g/L。

称取 300 g 硫氰酸铵,用水溶解后,加水稀释至 500 mL,混匀。

#### 4.8 磺基水杨酸,6 00 g/L。

称取 300 g 磺基水杨酸,用水溶解后,用氨水(4.3)中和至 pH 值=5 左右,加水稀释至 500 mL,混匀。

#### 4.9 草酸溶液,25 g/L。

#### 4.10 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,pH 值=5.5。

称取 77 g 乙酸铵,用 420 mL 水溶解后,加入 11 mL 冰乙酸,混匀。

#### 4.11 萃洗液

于 100 mL 硫氰酸铵溶液中加入 100 mL 磺基水杨酸,120 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,加入 270 mL 水,混匀。

#### 4.12 PMBP(1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰-5-吡唑酮)-苯溶液,1%。

称取 5 g PMBP 溶于 500 mL 苯中,混匀。

#### 4.13 Zn-EDTA 溶液

用 500 mL 水溶解 1.35 g 乙酸锌和 25 g 乙二胺四乙酸二钠(EDTA),混匀。

#### 4.14 偶氮氯膦 mA 溶液,0.5 g/L。

#### 4.15 稀土标准贮存溶液

准确称取 0.200 0 g 预先经 850℃灼烧至恒量的稀土氧化物,置于 200 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 5 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 稀土。

#### 4.16 稀土标准溶液

准确移取 5 mL 稀土标准贮存溶液(4.15)于 250 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(4.2),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 4 μg 稀土。

### 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℃±2℃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

按表 1 称取预干燥试样(6.2),准确至 0.000 1 g。

表 1

稀土氧化物含量(质量分数)/%	试料量/g
0.020~0.250	0.50
>0.250~1.00	0.20

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 3 g 混合熔剂(4.1)的铂坩埚中,再覆盖 1 g 混合熔剂(4.1),盖上铂盖,于 950℃马弗炉中熔融 20 min(中间取出摇动一次),取出,冷却。将铂坩埚及盖移放入预先盛有 100 mL 水的烧杯中,加 10 mL 盐酸(4.2),加热至熔融物溶解。洗出铂坩埚及盖,冷却,将溶液移入 250 mL 容量瓶中。

7.4.2 分离及测定

7.4.2.1 根据含量范围移取 2 mL~10 mL 试液于 60 mL 分液漏斗中,加 2 mL 抗坏血酸(4.4),混匀,放置片刻,加入 5 mL 硫氰酸铵(4.7),2 mL 磺基水杨酸(4.8),用氨水(4.6)调节 pH 值=5 左右,加入 5 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(4.10),加入 15 mL PMBP-苯溶液(4.12),振荡 1 min,静置分层后弃去水相。有机相用 5 mL 萃洗液(4.11)洗 2 次,每次振荡 20 s,静置分层后弃去水相,再用约 5 mL 水冲洗分液漏斗壁两次,弃去水相。加入 5 mL 盐酸(4.5),振荡后 30 s,静置分层,将水相放入 25 mL 容量瓶中。

7.4.2.2 加入 1 mL 草酸溶液(4.9),1 mL Zn-EDTA 溶液(4.13),2 mL 偶氮氯膦 mA 溶液(4.14),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2.3 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 672 nm 处测量其吸光度,从校准曲线上查出相应的稀土量。

7.5 校准曲线的绘制

7.5.1 移取 0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,6.00 mL,7.00 mL 稀土标准溶液(4.16),分别置于一组 25 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.5),以下按 7.4.2.2 进行操作。

7.5.2 与试料测定相同条件下,以试剂空白为参比,测量标准溶液吸光度,以稀土的量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

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  $w(\text{REO})$ (质量分数),以百分数表示:

$$w(\text{REO}) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m_1$ ——从校准曲线上查得的稀土的量,单位为克(g);
- $V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- $V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- $m$ ——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 2 所列允许差。

表 2 %

稀土氧化物含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.020~0.100	0.008
>0.100~0.300	0.015
>0.300~0.500	0.025
>0.500~1.000	0.050

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。





附 录 A  
(规范性附录)  
试样分析值接受程序流程图

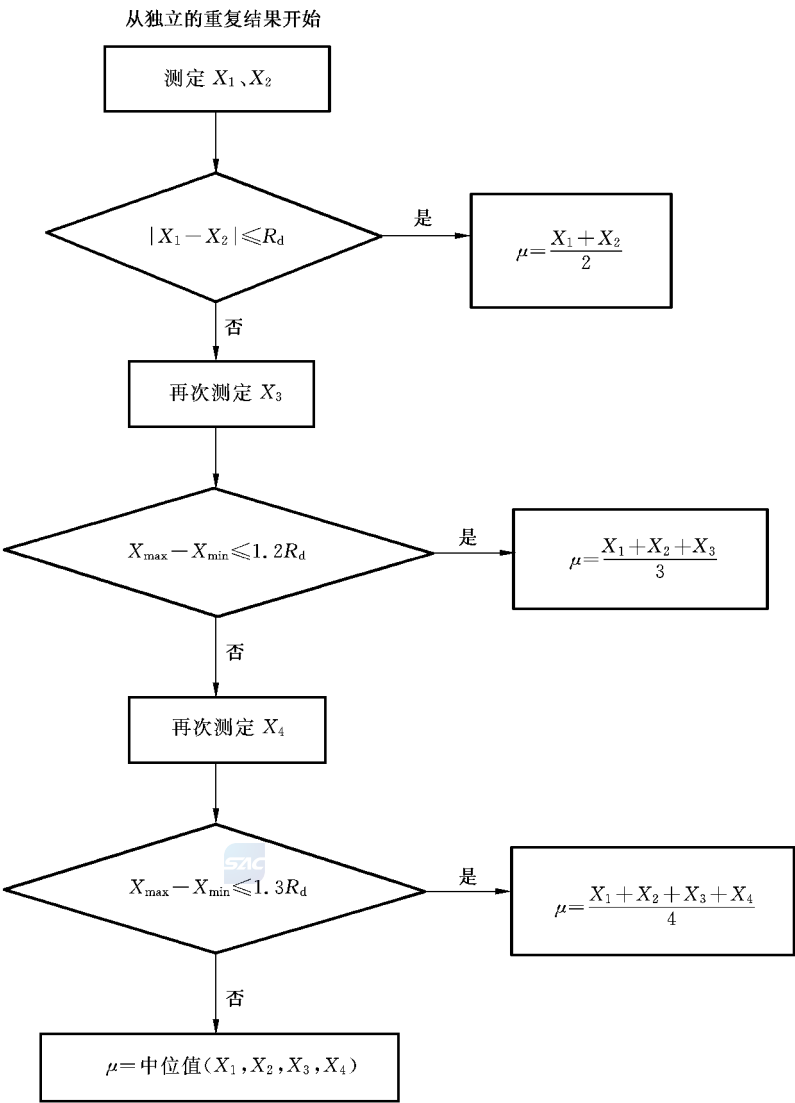


图 A. 1







中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铁矿石 稀土总量的测定  
萃取分离-偶氮氯膦  $\text{mA}$  分光光度法

GB/T 6730.24—2006

\*

中国标准出版社出版发行  
北京西城区复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年3月第一版

\*

书号:155066·1-28956

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68522006



GB/T 6730.24—2006