



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.42—2017  
代替 GB/T 6730.42—1986

---

## 铁矿石 铅含量的测定 双硫腙分光光度法

Iron ores—Determination of lead content—  
Dithizone spectrophotometric method

2017-09-07 发布

2018-06-01 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 42 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 6730.42—1986《铁矿石分析方法 双硫脲光度法测定铅量》，本部分与 GB/T 6730.42—1986 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为“铁矿石 铅含量的测定 双硫脲分光光度法”；
- 增加了“警示”“规范性引用文件”“仪器”和“试验报告”章节及内容，原章节序号做了相应调整；
- 明确并规范了取样和制样的具体要求；
- 将标准中“试样量”改为“试料量”，并明确了称量精度；
- 删除了式(1)中的系数“K”及对“K”的表述；
- 增加了“最终结果的计算”。

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 319)归口。

本部分起草单位：宁波检验检疫科学技术研究院、鞍钢集团矿业有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：陈贺海、邓云、李宇璐、张爱珍、任春生、应海松、王艳、陈自斌、付冉冉。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.42—1986。

## 铁矿石 铅含量的测定 双硫脲分光光度法

**警示——**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的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了双硫脲分光光度法测定铅含量。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铅含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.50%。

### 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 分析用预干燥试样的制备

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

试样用盐酸、硝酸、高氯酸分解,过滤;残渣以碳酸钠-硼酸熔融,用柠檬酸铵掩蔽铁、铝等金属离子,以氢氧化铵调至 pH 7~9,用双硫脲-三氯甲烷将铅、锌等萃取于有机相,再用稀盐酸反萃取于水相。在柠檬酸铵、盐酸羟胺、氰化钾存在下,调至 pH 8.5~11.0,加双硫脲-三氯甲烷萃取显色。在波长 510 nm 处测量其吸光度,借此测定铅量。

### 4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上或与其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂:无水碳酸钠+硼酸,2+1,研细,混匀。

4.2 盐酸,约 1.19 g/mL。

4.3 硝酸,约 1.42 g/mL。

4.4 高氯酸,约 1.67 g/mL。

4.5 盐酸洗液,1+250,pH 1.3~1.6,必要时用 pH 计校正。

4.6 高氯酸,1+100。

- 4.7 氢氧化铵,1+1。
- 4.8 氢氧化铵,1+100。
- 4.9 氨性洗液:每 100 mL 氢氧化铵(1+300)中,加 0.5 mL 氰化钾溶液(见 4.10),pH 10.7~10.9,用 pH 计校正,贮于塑料瓶中。
- 4.10 氰化钾溶液,1+9,贮于塑料瓶中。
- 4.11 柠檬酸铵溶液,1+1,贮于塑料瓶中。
- 4.12 双硫脲三氯甲烷溶液,0.1%:称取 0.1 g 精制过的双硫脲溶于 100 mL 三氯甲烷中(可稳定 1 个月)。双硫脲的精制方法:取 0.5 g 双硫脲置于 500 mL 分液漏斗中,加 100 mL 三氯甲烷溶解,加入 200 mL 氢氧化铵(见 4.8),振荡 1 min,分层后弃去有机相。水相用盐酸酸化,使双硫脲沉淀析出,用定量滤纸过滤,用水洗至无酸性。将沉淀连同滤纸置于干燥器中,干燥后将沉淀贮于棕色瓶中。
- 4.13 双硫脲三氯甲烷溶液,0.001%:用三氯甲烷稀释双硫脲三氯甲烷溶液(见 4.12)。用时现配。
- 4.14 盐酸羟胺溶液,10%:称取 10 g 盐酸羟胺溶于约 50 mL 水中,用氢氧化铵(见 4.7)调至 pH 7~9,移入 125 mL 分液漏斗中进行净化。加入 20 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(见 4.13),振荡 1 min,弃去下层有机相,反复操作至有机相呈绿色为止。然后水相用 10 mL 三氯甲烷萃取,弃去有机相,并反复操作至三氯甲烷呈无色。最后水相用盐酸酸化后,用水稀释至 100 mL。
- 4.15 铁溶液:称取 0.500 g 纯铁粉(99.9%以上)置于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(见 4.2)、3 mL 硝酸(见 4.3),加热溶解。加 10 mL 高氯酸(见 4.4),继续加热至冒白烟 3 min~4 min,稍冷,加水溶解盐类,冷至室温后,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。1 mL 此溶液含铁 2 mg。
- 4.16 三氯甲烷。
- 4.17 铅标准储备溶液:称取 0.100 0 g 金属铅(99.9%以上),置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(1+1),加热溶解,加 10 mL 高氯酸(见 4.4),继续加热至冒白烟 3 min~4 min,稍冷,用热水溶解,冷至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。1 mL 此溶液含铅 100.0  $\mu\text{g}$ 。也可使用市售有证铅标准溶液。
- 4.18 铅标准溶液:移取 25.00 mL 铅标准储备溶液(见 4.17)置于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 高氯酸(见 4.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5.0  $\mu\text{g}$  铅。
- 4.19 混合指示剂溶液:百里酚蓝(麝香草酚蓝)溶液(0.1%)和甲酚红溶液(0.1%),按 3+1 混合[均以乙醇(1+1)配制]。

## 5 仪器

分析中除非特别说明,使用通常实验室仪器。单标线容量瓶、分度吸量管及单标线移液管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 马弗炉。
- 5.3 坩埚,25 mL。

## 6 取样和制样

### 6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取制样,一般试样粒度应小于 100  $\mu\text{m}$ ,如试样中化合水或易氧化物含量较高时,其粒度应小于 160  $\mu\text{m}$ 。

注:化合水和易氧化物含量高的规定见 GB/T 6730.1。

## 6.2 预干燥试样

充分混匀实验室试样,采用份样缩分法取样。按 GB/T 6730.1 的规定,在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  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

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,此条件意味着在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法,在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定,包括采用适当的再校准。

### 7.2 试料量

称取 0.25 g 预干燥试样(见 6.2),准确至 0.000 1 g。

### 7.3 空白试验和验证试验

#### 7.3.1 空白试验

随同试料进行空白试验,所有试剂应取自同一试剂瓶。

#### 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 将试料(见 7.2),置于 150 mL 烧杯中,加 15 mL 盐酸(见 4.2),加热分解约 15 min,加 3 mL 硝酸(见 4.3)和 8 mL 高氯酸(见 4.4),继续加热冒白烟 3 min~4 min,取下,稍冷后加热水 50 mL~70 mL 溶解盐类。用慢速定量滤纸过滤(试样经酸处理后,若残渣不含铅时,则不必过滤,直接移入容量瓶中),滤液收集于 250 mL 容量瓶中,用热高氯酸(见 4.6)洗净烧杯,洗沉淀 5~6 次,再用热水洗 3 次。滤液及洗液作为主液保存。

7.4.2 残渣连同滤纸移入铂坩埚中,灰化,在  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右灼烧约 20 min。冷却,加 1.5 g~2 g 混合熔剂(见 4.1),在  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ~ $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  熔融 5 min~10 min,冷却。将铂坩埚置于原烧杯中,加约 40 mL 热水、3 mL 高氯酸(见 4.4),加热浸取熔融物。用水洗出铂坩埚,将溶液冷却至室温后与主液合并,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3 若浸出液浑浊时,则对铅产生严重吸附。此时,作如下处理:洗出铂坩埚后,在不断搅拌下将浸出液慢慢注入盛有 15 mL 柠檬酸铵溶液(见 4.11)、30 mL 氢氧化铵(见 4.7)的烧杯中,然后再将溶液倒回原烧杯,洗净烧杯,将溶液搅拌约 30 min,将溶液冷却至室温后与主液合并,用水稀释至刻度,混匀。

### 7.5 分离

7.5.1 移取 5.00 mL~50.00 mL 溶液(使铅不超过  $25\text{ }\mu\text{g}$ )于 125 mL 分液漏斗中[分液漏斗使用前,应用 5 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(见 4.12)振荡洗涤 1 次,用水洗净,方能使用],补加水至体积约为 50 mL。

7.5.2 加 5 mL 柠檬酸铵溶液(见 4.11)、10~12 滴混合指示剂(见 4.19),用氢氧化铵(见 4.7)调至由纯

黄色变为淡红色,加 20 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(见 4.12),剧烈振荡 1 min,静置分层后,将下层有机相慢慢放入另一分液漏斗中,于原分液漏斗中加 2 mL 三氯甲烷(不必振荡),放出有机相,合并有机相,弃去水相。于收集有机相的分液漏斗中,加 50 mL 盐酸洗液(见 4.5),振荡 1 min,分层后弃去有机相;水相用三氯甲烷萃取 2 次,每次用 15 mL,振荡 30 s,以萃取残余的双硫脲。

## 7.6 测量

7.6.1 于水相中加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(见 4.14),1 mL 柠檬酸铵溶液(见 4.11)、6 滴混合指示剂(见 4.19),用氢氧化铵(见 4.7)调节溶液由黄色变为淡紫红色,加 1.0 mL 氰化钾溶液(见 4.10),混匀,加 20.0 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(见 4.13),充分振荡 1 min。分层后将有机相慢慢放入另一分液漏斗中,加 50 mL 氨性洗液(见 4.9),振荡 30 s,静置分层后将有机相用脱脂棉过滤于干燥的 1 cm 比色皿(比色皿用后应用三氯甲烷洗净,保持干燥,勿用水洗)中,以三氯甲烷为参比,于分光光度计波长 510 nm 处,测量其吸光度。

7.6.2 减去随同试样空白的吸光度后,从校准曲线上求得相应的铅量。

## 7.7 校准曲线的绘制

移取 0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL 铅标准溶液(见 4.18),分别置于 6 个 125 mL 分液漏斗中,加 5 mL 铁溶液(见 4.15)并补加水至体积为 50 mL,以下按 7.5.2 和 7.6.1 进行。减去试剂空白的吸光度。以铅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

## 8 结果计算及其表示

### 8.1 铅含量计算

按式(1)计算试样中铅含量(质量分数) $w(\text{Pb})$ ,其数值以%表示:

$$w(\text{Pb}) = \frac{m_1 \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——从校准曲线上查得的铅量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样量,单位为克(g);

$V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

### 8.2 分析结果的一般处理

#### 8.2.1 允许差

分析结果的允许差列于表 1。

表 1 允许差

%

铅含量(质量分数)	允许差 $r$
0.010~0.050	0.004
>0.050~0.100	0.008
>0.100~0.200	0.010
>0.200~0.500	0.020

### 8.2.2 分析结果的确定

根据附录 A 的程序,按式(1)计算两个独立测量结果,并与允许差  $r$  进行比较,来确定实验室最终分析结果。

### 8.2.3 最终结果的计算

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第 5 位,并按照 GB/T 8170 数值修约至小数点后第 3 位。

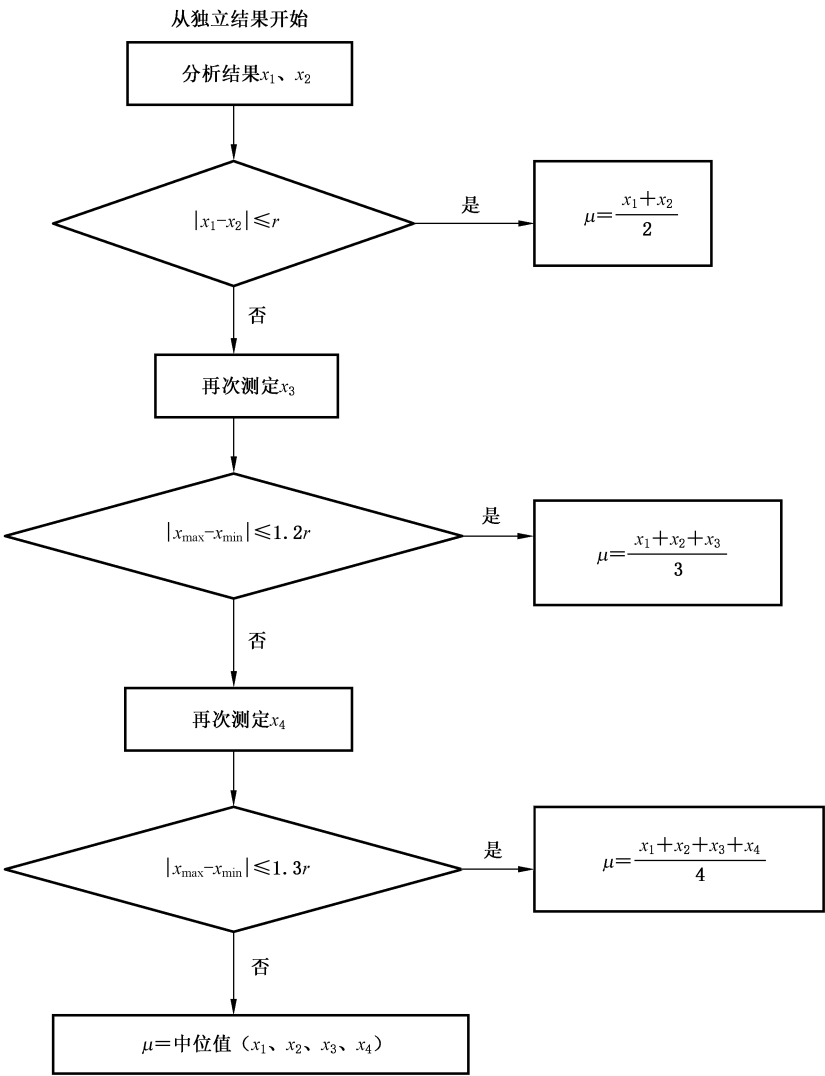
## 9 试验报告

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) 本部分的编号;
- d) 样品识别必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 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)  
试样分析结果验收程序

试样分析结果验收程序见图 A.1。



注：r 为分析结果允许差，见表 1。

图 A.1 试样分析结果验收程序流程图

