



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.27—2017
代替 GB/T 6730.27—1986

铁矿石 氟含量的测定 镧-茜素络合胂分光光度法

Iron ores—Determination of fluorine content — Lanthanum-alizarin
complexion spectrophotometric method

2017-07-31 发布

2018-04-01 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 27 部分。

本部分按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6730.27—1986《铁矿石化学分析方法 钼-茜素络合脘光度法测定氟量》，本部分与 GB/T 6730.27—1986 相比较，除部分编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为“铁矿石 氟含量的测定 钼-茜素络合脘分光光度法”；
- 增加了“警示”“范围”“规范性引用文件”“仪器”“试验报告”章节及内容，原章节序号做相应改变；
- 明确并规范了取样和制样的具体要求；
- 标准的“试样量”修改为“试料量”，并明确了称量精度；
- 删除了原式(1)中的系数“K”及对“K”的表述；
- 表 1 删除“标样允许差”一列，并将“允许差”列入第 8 章“结果计算及其表示”。
- “分析值的验收”修改为“分析结果的确定”，内容做了相应修改。

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。

本部分主要起草人：刘永丰、王艳、陈贺海、荣德福、张锋、崔晓宁、邱志君、张嘉雯。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.27—1986。



铁矿石 氟含量的测定

镧-茜素络合脘分光光度法

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规规定的条件。

1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了镧-茜素络合脘分光光度法测定氟含量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中氟含量的测定。测定范围(质量分数): 0.10%~3.00%。

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

试料用高氯酸和磷酸在 130 °C ~ 140 °C 通水蒸气蒸馏,使氟与共存元素分离,取部分蒸馏液,在丙酮介质中,于 pH4.7 ~ 4.9 时,氟与镧-茜素络合脘螯合物生成蓝色的三元络合物,在分光光度计 620 nm 处检测吸光度。借此测定氟含量。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 过氧化钠。

4.2 高氯酸, ρ 约 1.67 g/mL。

4.3 磷酸, ρ 约 1.70 g/mL。

4.4 丙酮。

4.5 高锰酸钾溶液,40 g/L。

4.6 氢氧化钠溶液,20 g/L。

4.7 乙酸,1+8。

4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH 4.0 ~ 4.2。称取 60 g 结晶乙酸钠[CH₃COONa · 3H₂O]溶于水,加入

115 mL 冰乙酸,加水稀释至 1 000 mL,混匀,调整至 $\text{pH}4.1 \pm 0.1$ (用 pH 计校正)。

4.9 氯化铜溶液,9.81 g/L。称取 3.258 1g 氧化铜(光谱纯),加少量水,在搅拌下滴加盐酸(1+1)加入溶解,取下冷却,用水稀释至 500 mL 混匀。

4.10 显色剂。称取 0.096 5 g 茜素络合棕(1,2-二羟基蒽醌-3-甲胺-*N,N*-二乙酸,简称 ALC),用几滴水润湿,加 1 mL 氢氧化铵,搅拌使之溶解后,加入 250 mL 丙酮(见 4.4)、100 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(见 4.8),混匀。加入 12.5 mL 氯化铜溶液(见 4.9),用水稀释至 500 mL,混匀。此溶液至少可稳定一周。

4.11 氟标准储备溶液,100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。称取 0.221 0 g 预先在 120 $^{\circ}\text{C}$ 烘干的氟化钠(优级纯),置于 1 000 mL 容量瓶中加水溶解,稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中储存,此溶液 1 mL 含 100.0 μg 氟。或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质,逐级稀释至 100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

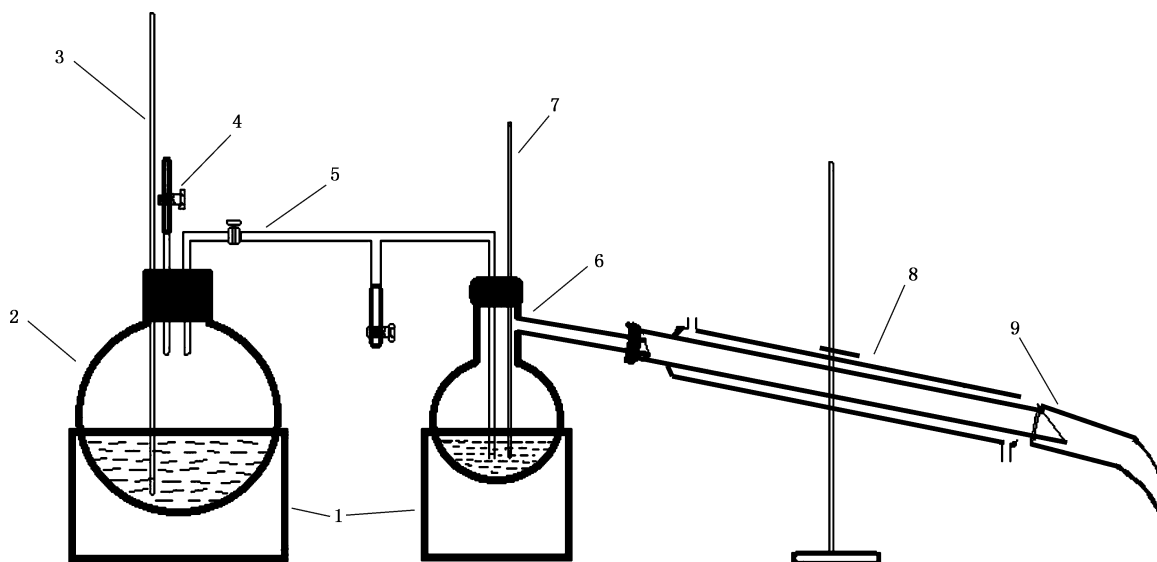
4.12 氟标准溶液,10 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 100.0 mL 氟标准储备溶液(见 4.11),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 μg 氟。

4.13 酚酞乙醇溶液,10 g/L。

5 仪器设备

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 水蒸气蒸馏装置,见图 1。



说明:

- 1——可控温电热套;
- 2——蒸汽瓶;
- 3——安全管;
- 4——放气管;
- 5——导气管;
- 6——蒸馏烧瓶;
- 7——温度计;
- 8——冷凝管;
- 9——牛角管。

图 1 水蒸气蒸馏装置

- 5.2 马弗炉。
- 5.3 铁或镍坩埚,最小容量 30 mL。
- 5.4 分光光度计。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10332.1 进行取制样。一般样品粒度应小于 100 μm ,如样品中化合水或易氧化物含量高时,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 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 中的程序,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 0.10 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

随同试料分析做空白试验,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 试料的分解

7.4.1.1 将试料(7.2)置于 250 mL 分馏瓶中,用少量水洗净附于瓶壁之样品,加 15 mL 高氯酸(见 4.2)、1 mL ~ 2 mL 磷酸(见 4.3),加 1 mL ~ 2 mL 高锰酸钾溶液(见 4.5),以装有温度计和玻璃管的橡皮塞塞紧瓶口(注意勿使温度计和玻璃导管与瓶底接触),与蒸汽瓶、冷凝管连接,接通冷却水,加热蒸馏,待温度升到 $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,通入水蒸气,保持蒸馏温度 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 控制馏出液 3 mL/min ~ 4 mL/min,馏出体积达 180 mL 时,停止蒸馏,取下承接蒸馏液的烧杯。蒸馏温度应严格控制,低于 $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 蒸馏不完全,温度过高高氯酸会冒烟馏出,影响测定。

7.4.1.2 通常按本法操作残渣已不含氟。对某些含有难溶含氟矿的样品,操作如下:称取样品置于铁或

镍坩埚中,加入 2 g 过氧化钠(见 4.1)于 700 ℃左右熔融,用尽量少的水浸取后,加 20 mL 高氯酸(见 4.2)、2 mL 磷酸(见 4.3),移入分馏瓶中,以下按 7.4.1.1 进行。

7.4.2 测量

7.4.2.1 将馏出液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取试液 5.00 mL(氟量大于 1%取 2.00 mL),置于 50 mL 容量瓶中。

7.4.2.2 加 1 滴酚酞乙醇溶液(见 4.13),用氢氧化钠溶液(见 4.6)调至红色,再以乙酸(见 4.7)调至无色,加 12 mL 丙酮(见 4.4),10 mL 显色剂(见 4.10),用水稀释至刻度,混匀。放置 30 min 后将部分溶液移入 2 cm 比色皿中。

7.4.2.3 以空白试液为参比,于分光光度计波长 620 nm 处测量其吸光度。从校准曲线上查出相应的氟量。

7.4.3 绘制校准曲线



移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、3.50 mL 氟标准溶液(见 4.12)分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按 7.4.2.2 进行。以试剂空白为参比,于分光光度计波长 620 nm 处测量其吸光度。以氟量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

8 分析结果及其表示

8.1 氟含量的计算

按式(1)计算试样中氟含量(质量分数) $w(F)$,其数值以百分数表示:

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

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得的氟量,单位为微克(μg);

m ——试料量,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)。

计算结果表示到小数点后 4 位。

8.2 分析结果的一般处理

8.2.1 允许差

分析结果允许差 r 见表 1。

表 1 分析结果允许差

%

氟含量(质量分数)	允许差 r
0.10 ~ 1.00	0.050
>1.00 ~ 2.00	0.080
>2.00 ~ 3.00	0.100

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 最终结果的处理

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数点后第 5 位,并按 GB/T 8170 数字修约规则修约至小数第三位或第二位。

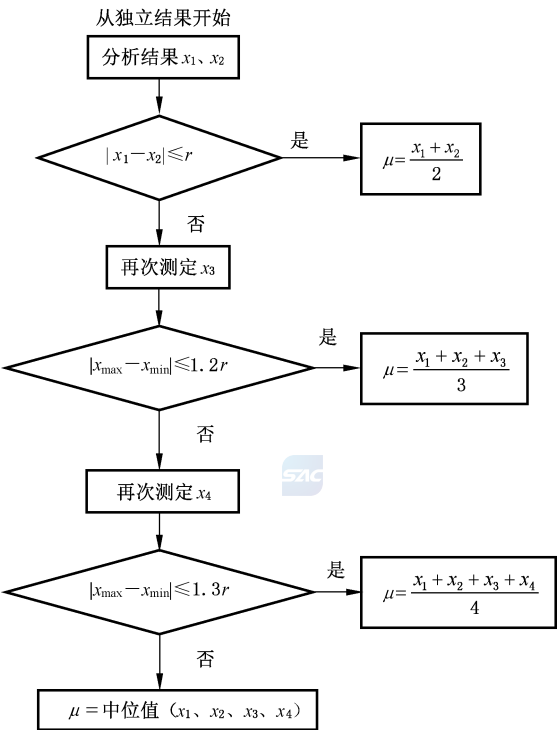
9 试验报告

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