



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.30—2017  
代替 GB/T 6730.30—1986

---

## 铁矿石 铬含量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法

Iron ores — Determination of chromium content—Diphenyl  
carbazide 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  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 30 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 6730.30—1986《铁矿石化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量》，本部分与 GB/T 6730.30—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 铬含量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法”；
- 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；
- “试样量”修改为“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。

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。

本部分修订单位：宁波检验检疫科学技术研究院、上海出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：廖海平、任丽萍、何阳、付冉冉、张建波、陈贺海、任春生、陈自斌。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.30—1986。

# 铁矿石 铬含量的测定

## 二苯基碳酰二肼分光光度法

**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 的本部分规定了二苯基碳酰二肼分光光度法测定铬含量。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铬含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.500%。

### 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

试样用碱熔分解,水浸取,干过滤,取部分清液,在硫酸(0.1 mol/L)介质中,六价铬与二苯基碳酰二肼生成可溶性的紫红色络合物。在 545 nm 处测量其吸光度。借此测定铬含量。

钒对本法有干扰。当钒含量小于 200  $\mu\text{g}$  时,可在显色后放置 30 min 消除干扰;当钒含量大于 200  $\mu\text{g}$  或钒含量比铬含量大 10 倍时,用 8-羟基喹啉-三氯甲烷萃取分离。

### 4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用分析纯试剂和符合 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 无水碳酸钠。

4.3 三氧化二铁,纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.4 三氯甲烷。

4.5 硫酸,1+9。

4.6 8-羟基喹啉乙酸溶液, 2.5 mg/mL。称取 0.25 g 8-羟基喹啉置于 250 mL 烧杯中, 加入含 12 g 醋酸且体积不超过 100 mL 的醋酸溶液, 溶解后移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.7 二苯基碳酰二肼乙醇溶液, 2.5 mg/mL。称取 4 g 邻苯二甲酸酐置于 250 mL 烧杯中, 加入 100 mL 无水乙醇, 在水浴上温热溶解; 再称取 0.25 g 二苯基碳酰二肼溶解于上述溶液中。用时现配。

4.8 对硝基酚溶液, 1 mg/mL。

4.9 铬标准储备溶液, 2 mg/mL。称取 5.657 8 g 预先经 150 °C 烘 1 h 的重铬酸钾(基准试剂)于烧杯中, 加水溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。也可使用市售有证铬标准溶液。

4.10 铬标准溶液, 20 µg/mL。移取 20.00 mL 铬标准储备溶液(见 4.9), 置于 2 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

## 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吸量管应分别符合 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 刚玉坩埚, 20 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 µm, 如试样中化合水或易氧化物含量较高时, 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。按照 GB/T 6730.1 的规定, 在 105 °C ± 2 °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

按表 1 称取预干燥试样(见 6.2), 准确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

铬的质量分数范围/%	试料量/g
0.010~0.050	0.500 0
>0.050~0.500	0.200 0

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，所有试剂须取自同一试剂瓶。

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

将试料(见 7.2)置于预先加有 0.5 g 无水碳酸钠(见 4.2)的 20 mL 刚玉坩埚中，加 2 g 过氧化钠(见 4.1)，混匀，并用少量过氧化钠(见 4.1)覆盖表面，于 700 ℃~750 ℃熔融 5 min~7 min，冷却。

7.4.2 浸取

将坩埚置于 400 mL 烧杯中，用温水浸取，洗出坩埚。保持溶液体积约 200 mL，煮沸 20 min~30 min，取下冷至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.4.3 试液的分取及处理

7.4.3.1 用中速滤纸干过滤于 250 mL 烧杯中，按表 2 分取试液。

表 2 试液的分取

铬的质量分数范围/%	分取试液体积/mL
0.010~0.100	50.00
>0.100~0.300	25.00
>0.300~0.500	10.00

7.4.3.2 将分取试液置于 100 mL 容量瓶中，加 1 滴对硝基酚溶液(见 4.8)，用硫酸(见 4.5)中和至黄色退去，过量 5.0 mL，用水稀释至约 80 mL，加入 3 mL 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(见 4.7)，用水稀释至刻度，混匀。

7.4.3.3 试料含钒大于 200 μg 或钒含量比铬含量大 10 倍时，按下述操作分离：将分取试液置于 125 mL 分液漏斗中，加 1 滴对硝基酚溶液(见 4.8)，用硫酸(见 4.5)调至无色，再过量 4~5 滴(此时溶液 pH 约为 4)，加入 3 滴 8-羟基喹啉乙酸溶液(见 4.6)，混匀。加入 3 mL~5 mL 三氯甲烷(见 4.4)，振荡 1 min，分层后，弃去有机相，如此再萃取 1 次。再加 3 mL~5 mL 三氯甲烷(见 4.4)洗涤水相一次，弃去有机相，将水相滤入 100 mL 容量瓶中，用少量水淋洗分液漏斗及滤纸 6~8 次，补加 5.0 mL 硫酸(见 4.5)，用水稀释至约 80 mL，加入 3 mL 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(见 4.7)，用水稀释至刻度，混匀。此时，校

准溶液也应同样处理。

#### 7.4.4 测量

7.4.4.1 放置 30 min 后,将部分溶液移入 2 cm 比色皿中。

7.4.4.2 以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。从校准曲线上查出相应的铬含量。

#### 7.5 校准曲线的绘制

7.5.1 称取 0.500 0 g 三氧化二铁(见 4.3)9 份,分别按 7.4.1 进行处理。各加入 0.00 mL,2.50 mL,5.00 mL,7.50 mL,10.00 mL,12.50 mL,15.00 mL,17.00 mL,20.00 mL 铬标准溶液(见 4.10),分别按 7.4.2 进行处理。

7.5.2 试液的分取及显色:干过滤,分取滤液 50.0 mL,分别按 7.4.3.2~7.4.4.1 进行。以试剂空白为参比,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。以铬含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

### 8 结果的计算及其表述

#### 8.1 铬含量计算

按式(1)计算铬含量  $w(\text{Cr})$ (质量分数),以 % 表示:

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

式中:

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

$m$ ——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)。

#### 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 3。

表 3 允许差

%

铬含量(质量分数)	允许差
0.010~0.050	0.003
>0.050~0.100	0.005
>0.100~0.500	0.010

##### 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 将

数值修约至小数点后第三位。

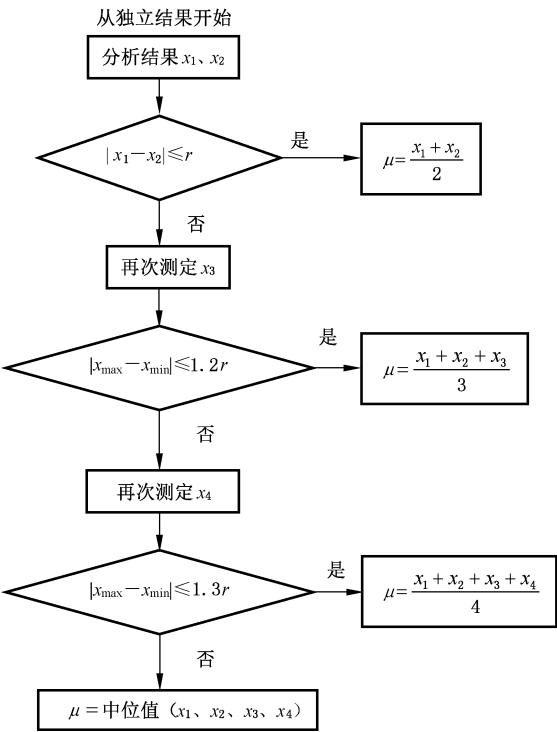
## 9 试验报告

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 3。

图 A.1 试样分析结果验收程序流程图