



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.58—2017
代替 GB/T 6730.58—2004

铁矿石 钒含量的测定 火焰原子吸收光谱法

**Iron ores—Determination of vanadium content—
Flame atomic absorption spectrometric method**

(ISO 9683-2:2009, Iron ores—Determination of vanadium—
Part 2: Flame atomic absorption spectrometric methods, MOD)

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 58 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 6730.58—2004《铁矿石 钒含量的测定 火焰原子吸收光谱法》，本部分与 GB/T 6730.58—2004 相比较，除部分编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 方法 1 钒含量的测定范围(质量分数)由 0.005%~0.05% 修改为 0.004%~0.06%，方法 2 钒含量测定范围(质量分数)由 0.05%~0.5% 修改为 0.06%~0.5%；
- 将 2004 年版中第 4 章中“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”修改为“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 规定的二级以上蒸馏水或纯度相当的水”；
- 将 2004 年版中 4.3 中“氧化铁”修改为“高纯三氧化二铁”；
- 将 2004 年版中 5.5 中对原子吸收光谱仪性能指标要求，修改为“最低精密度”、“检出限”、“校准曲线的线性”和“特征浓度”表述；
- 将 2004 年版中 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。”修改为“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℃±2℃ 温度下干燥试样，于干燥器中冷却至室温备用”；
- 将 2004 年版中 7.4.2 中“加 1.0 g 碳酸钠(见 4.2)”改为“加 0.3 g~1.0 g 碳酸钠(见 4.2)”；
- 将 2004 年版中 7.4.5 测量中补充了“空心阴极灯预热 10 min 后”和“如果必要，每个校准溶液和试液喷入间喷入水调零。每个校准溶液和试液至少喷两次，计算校准溶液和试液平均吸光度”；
- 将 2004 年版中 8.2.1“重复性和允许差”改为“精密度”，并修改了计算公式；
- 将 2004 年版中 8.2.4 中修改了分析值验收时认证标准样品/参考标准样品的 C 值计算公式。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 9683-2:2009《铁矿石 钒含量的测定 第 2 部分：火焰原子吸收光谱法》。

本部分与 ISO 9683-2:2009 的技术性差异及其原因如下，这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(⊏)进行了标示。

- 关于规范性引用文件，本部分做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：
 - 增加引用了 GB/T 6379.1(见 8.2.1)；
 - 增加引用了 GB/T 6379.2(见 8.2.1)；
 - 增加引用了 GB/T 6682(见第 4 章)；
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 6730.1 代替 ISO 9683-2:2009 引用的 ISO 7764(见 6.1 和 6.2)；
 - 增加引用了 GB/T 7728(见 5.5)；
 - 增加引用了 GB/T 8170(见 8.2.5)；
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 10322.1 代替 ISO 9683-2:2009 引用的 ISO 3082(见 6.1)；
 - 删除了 ISO 9683-2:2009 引用的 ISO 648(见 ISO 9683-2:2009 第 5 章)；
 - 用非等效采用国际标准的 GB/T 12806 代替 ISO 9683-2:2009 引用的 ISO 1042(见第 5 章)，GB/T 12806 与 ISO 1042 相比，主要技术差异是产品的外观要求和检验规则；

- 增加引用了 GB/T 12807(见第 5 章)；
- 增加引用了 GB/T 12808(见第 5 章)。

——试料酸溶分解后的残渣熔融处理用无水碳酸钠的量由“0.3 g”变为“0.3 g~1.0 g”，原因是在满足分析要求前提下便于操作(见 7.4.2)。

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：上海宝钢工业技术服务有限公司、宝山钢铁股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：王晗、陈海岚、张社英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6730.58—2004。

铁矿石 钒含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警告——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 的本部分规定了火焰原子吸收光谱法测定钒含量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿产品中钒含量的测定。测定范围(质量分数):方法 1 为 0.004%~0.06%,方法 2 为 0.06%~0.5%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规定和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备(GB/T 6730.1—2016,ISO 7764:2006,IDT)

GB/T 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

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 10322.1—2014,ISO 3082:2009,IDT)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—2011,ISO 1042:1998,NEQ)

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管(GB/T 12807—1991,neq ISO 835:1981)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 原理

在聚四氟乙烯(PTFE)烧杯中用盐酸溶解试样,加入氢氟酸和硝酸,并蒸发至干。加入盐酸和硼酸再次蒸发至干。方法 1 用盐酸和硝酸溶解盐类,方法 2 用盐酸溶解,过滤,灼烧残渣,并用碳酸钠熔融,在滤液中溶解冷却的熔融物。

萃取(仅方法 1 采用):在铈(IV)氧化的溶液中,加入磷酸和钨酸钠溶液,用 1+1 的 1-戊醇和 4-甲基-2-戊酮混和试剂萃取钒,用水处理有机相,然后加入抗坏血酸溶液将钒萃取到水相中。

测量:向试液中加入氯化铝溶液,并稀释到一定的体积。在原子吸收光谱仪上,把试液喷入氧化亚氮-乙炔火焰中,在波长 318.5 nm 处,测量吸光度。