

铁矿石化学分析方法
原子吸收分光光度法测定铜量

UDC 622.314.1
: 543.06

GB 6730.36—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The flame atomic absorption spectrophotometric
method for the determination of copper content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铜量的测定。测定范围：0.003~1.00%。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用盐酸、硝酸和氢氟酸处理使之分解，加高氯酸蒸发，稀释到一定体积。
于原子吸收分光光度计波长324.8nm处，以空气-乙炔火焰进行铜的测定。

2 试剂

2.1 盐酸 (ρ 1.19g/ml)。

2.2 盐酸 (1 + 2)。

2.3 硝酸 (ρ 1.42g/ml)。

2.4 硝酸 (1 + 3)。

2.5 氢氟酸 (ρ 1.15g/ml)。

2.6 高氯酸 (ρ 1.67g/ml)。

2.7 底液：溶解15g金属铁粉〔铜含量 $<0.001\%$ (m/m)〕于150ml盐酸(2.2)中，溶液冷却至室温，加10ml硝酸(2.3)，加热赶尽氮的氧化物，加250ml高氯酸(2.6)，将溶液蒸发冒烟10min，冷却后加入50ml盐酸(2.1)，用水稀释至1000ml。

2.8 铜标准溶液

2.8.1 称取1.0000g纯金属铜(99.9%以上)溶于30ml硝酸(2.3)中，加热除去氮的氧化物，冷却后移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg铜。

2.8.2 移取100.00ml铜标准溶液(2.8.1)于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.10mg铜。

2.8.3 移取10.00ml铜标准溶液(2.8.2)于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10.0 μ g铜。

3 仪器

原子吸收分光光度计，配备空气-乙炔燃烧器、铜空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计均应达到下列指标。

最低灵敏度：工作曲线中所用等差系列标准溶液中浓度最大者，其吸光度应不低于0.300。

工作曲线线性：工作曲线顶部20%浓度范围的斜率值(表示为吸光度的变化)在同样方法测定时，与底部20%浓度范围的斜率值之比不应小于0.7。

最低稳定性：工作曲线中所用浓度最大的标准溶液与浓度为零者经各自多次测定，所得之标准偏

差，相对于最高浓度吸光度平均值求得的变异系数，应分别小于1.5%和0.5%。最低稳定性变异系数的计算公式见附录B。

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于100 μm ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160 μm 。

4.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

5 分析步骤

5.1 测定数量

同一试样、在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

5.2 试样量

称取0.5000g试样。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。空白试验其量不得大于相当于含量的0.0008%。

5.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

5.5 测定

5.5.1 试样的分解

将试样（5.2）置入聚四氟乙烯烧杯中，加少量水湿润，加入15ml盐酸（2.1），盖上表皿，加热，在微沸下至不再发生溶解反应。加入5ml硝酸（2.3），加热10min，移去表皿，加入5ml氢氟酸（2.5），加热10min。用水冲洗杯壁，加入5ml高氯酸（2.6），加热蒸发至产生高氯酸白烟，冒烟3~4min，冷却，加入3ml盐酸（2.2），加热溶解盐类，用水冲洗杯壁进一步加热至溶液清亮。冷却后，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。随同空白试液中应加入20ml底液（2.7）。

注：如分解试样操作中有值得注意量的残渣，或怀疑残渣含有可观量的铜，应将溶液用致密滤纸过滤，滤液收集在100ml容量瓶中，用热水洗净残渣及滤纸，冷却溶液，用水稀释至刻度，混匀。残渣用1g碳酸钠（无水）熔融，用稀硝酸（1+20）浸取，然后检查铜含量，也要相应地制备空白溶液。

5.5.2 试液的分取

铜含量小于0.20%不分取；若铜含量在0.20~1.00%之间，将试液作如下稀释：分取20.00ml试液于100ml容量瓶中，加入底液16ml（2.7），用水稀释至刻度，混匀。此时随同试样空白溶液也要采用相同的方法进行稀释，配制成稀释空白溶液。

5.5.3 测量吸光度

在原子吸收分光光度计上，于波长324.8nm处，以空气-乙炔火焰，用水调零。先用工作曲线系列浓度最大的溶液喷测，并调节火焰状态和燃烧器位置，以达到最大吸光度。然后按浓度由低到高的顺序，依次喷入铜的工作曲线系列溶液和待测试样溶液及空白试验溶液。每一溶液喷测均以水调零，并至少重复喷测两次，记下获得的稳定读数，求得各自平均吸光度。

5.6 工作曲线的绘制

5.6.1 铜含量在0.010~1.00%时，移取0.00，2.00，4.00，6.00，8.00，10.00ml铜标准溶液（2.8.2）；铜含量在0.003~0.020%时，移取0.00，2.00，4.00，6.00，8.00，10.00ml铜标准溶液（2.8.3），分别置于一组100ml容量瓶中，准确加入20ml底液（2.7），用水稀释至刻度，混匀。

5.6.2 工作曲线系列每一溶液的平均吸光度减去零浓度溶液的平均吸光度，为铜工作曲线系列溶液的净吸光度。以铜浓度为横坐标，净吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.6.3 将试样溶液的平均吸光度和随同试样空白溶液的平均吸光度，从工作曲线上查出铜的浓度（ $\mu\text{g/ml}$ ）。

6 分析结果的计算

6.1 按下式计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{C_2 - C_1}{m \times 100} \times K$$

式中: C_2 ——从工作曲线上查得的试样溶液中铜的浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

C_1 ——从工作曲线上查得的随同试样空白溶液中铜的浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

m ——测量溶液相当的试样量, g ;

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数 (如使用预干燥试样, 则 $K = 1$), A 是按

GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

6.2 分析值的验收:

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表1所列的允许差时, 则试样分析值有效, 否则无效, 应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差, 不大于表1所列允许差时, 则可予以平均, 计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时, 则应按附录A的规定, 进行追加分析和数据处理。

6.3 最终结果的计算:

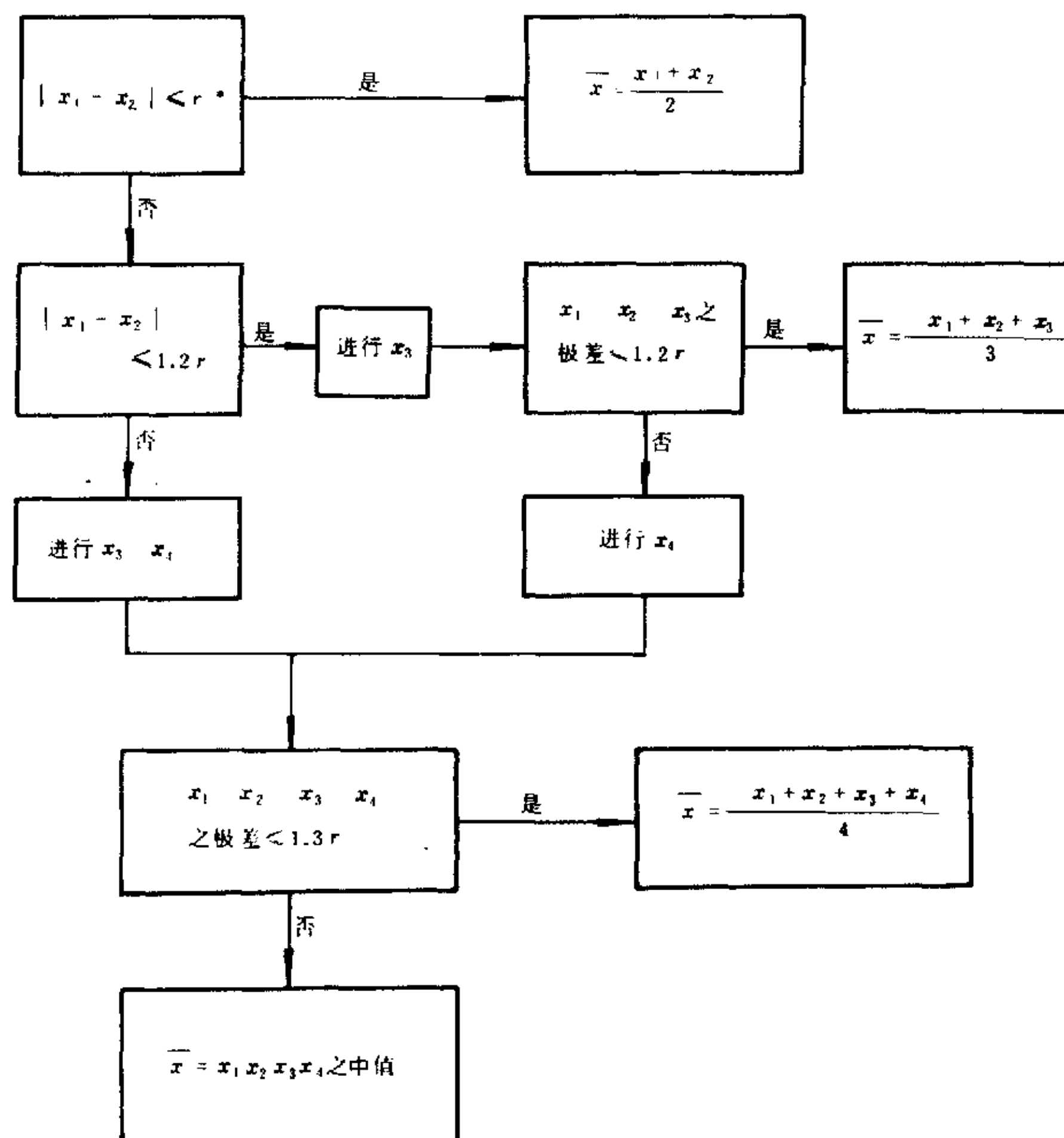
试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位, 并按数字修约规则的规定修约至小数第三位或第二位。

7 允许差

表 1 %

铜 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
0.003~0.010	± 0.002	0.002
>0.010~0.050	± 0.003	0.004
>0.050~0.100	± 0.005	0.007
>0.100~0.250	± 0.010	0.014
>0.250~0.500	± 0.015	0.022
>0.500~1.000	± 0.024	0.035

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



* r 即表 1 中所列允许差。

附录 B
最低稳定性变异系数的计算公式
(补充件)

最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度的变异系数计算公式如下：

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_0 = \frac{100}{\bar{0}} \sqrt{\frac{\sum (0 - \bar{0})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中：\$S_c\$——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数；

\$S_0\$——零浓度溶液吸光度的百分变异系数；

\$\bar{C}\$——最高浓度标准溶液吸光度的平均值；

\$C\$——最高浓度标准溶液吸光度；

\$\bar{0}\$——零浓度溶液吸光度的平均值；

\$0\$——零浓度溶液吸光度；

\$n\$——测量次数。

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由武钢钢铁研究所起草。

本标准主要起草人宋卫良。