

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
原子吸收分光光度法测
定钠和钾量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.49—86

Methods for chemical analysis of ironores
The flame atomic absorption spectrophotometric
method for the determination of
sodium and potassium content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钠和钾量的测定。测定范围：0.005~1.50%。
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-氢氟酸分解，在盐酸介质中，于原子吸收分光光度计波长钠589.0nm和钾766.5nm处，以空气-乙炔火焰分别进行钠和钾的测定。

2 试剂

分析中应使用优级纯试剂。

2.1 混合熔剂：碳酸锂和硼酸，按（2+1）配制，混合研匀后备用。

2.2 盐酸（ ρ 1.19g/ml）。

2.3 盐酸（1+2）。

2.4 氢氟酸（ ρ 1.15g/ml）。

2.5 底液：称取43g高纯氧化铁溶解于500ml盐酸（2.2）中，冷却后用水稀释至1000ml，混匀；或用金属铁加盐酸（2.2）溶解并滴加适量硝酸（ ρ 1.42g/ml）氧化。

2.6 钠标准溶液

2.6.1 称取2.542g预先在105~110℃烘2h或在550℃灼烧2h并置于干燥器中冷却至室温的氯化钠溶于水中，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg钠。

2.6.2 移取20.00ml钠标准溶液（2.6.1），置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含40.0 μ g钠。

2.7 钾标准溶液

2.7.1 称取1.9067g预先在105~110℃烘2h或在550℃灼烧2h并置于干燥器中冷却至室温的氯化钾溶于水中，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg钾。

2.7.2 移取20.00ml钾标准溶液（2.7.1），置于250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含80.00 μ g钾。

3 仪器

原子吸收分光光度计。配备有空气-乙炔燃烧器，钠、钾空心阴极灯。
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

称取与试样中相同铁量的高纯铁，随同试样做空白试验。

所用试剂须取自同一试剂瓶，空白试验其量应低于测定范围的下限为宜。

注：① 所有容量器皿，包括移液管，使用前应以盐酸（2.3）洗涤。

② 聚四氟乙烯烧杯用50ml盐酸（2.3）加热清洗15min，洗液弃去。

③ 任何阶段都不许用手指接触试液和搅棒，不允许用口吸移液管，防止分析过程中沾污。

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）置于聚四氟乙烯烧杯中，加少量水湿润，加10ml盐酸（2.2）、10ml氢氟酸（2.4），低温缓慢加热溶解，继续加热蒸发至近干，再加入5ml盐酸（2.2）加热蒸干，取下。加入5ml盐酸（2.2）、40ml水，缓慢加热至盐类溶解，冷却，移入100ml聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

注：如有残渣不溶，并影响分析结果时，则可将残渣过滤，洗涤，灼烧，加0.3g混合熔剂（2.1），于950℃熔融15min，用5ml盐酸（2.2）浸取，合并于滤液中，冷却后移入100ml聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.2 试液的分取

试液和空白试验溶液按表1移取，置于100ml聚乙烯容量瓶中，补加 $0.1 \times (100 - y)$ ml底液（y为移取试液和空白试验溶液的毫升数）。

表 1

钠		钾	
含量范围, %	移取量, ml	含量范围, %	移取量, ml
<0.02	不分取	<0.04	不分取
0.02~0.15	25.00	0.04~0.30	25.00
0.15~0.35	10.00	0.30~0.70	10.00
0.35~0.70	5.00	>0.70	5.00
>0.70	$2.0 \times \frac{10}{100}$		

5.5.3 测吸光度

在原子吸收分光光度计上,于波长钠589.0nm和钾766.5nm,以空气-乙炔火焰,用水调零,分别测量钠和钾的吸光度。先用钠或钾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,依次喷入钠和钾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 按表2移取钠标准溶液(2.6.2)或钾标准溶液(2.7.2),分别置于一组100ml聚乙烯容量瓶中,分别加入底液10.00ml,用水稀释至刻度,混匀。

表 2

ml

钠标准溶液(2.6.2)	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
钾标准溶液(2.7.2)	0.00	5.00	4.00	3.00	2.00	1.00
加铁底液(2.5)	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

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钠或钾工作曲线系列溶液的净吸光度。以钠或钾浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.7 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,从工作曲线上分别查出各自的钠或钾的浓度($\mu\text{g/ml}$)。

6 分析结果的计算

6.1 按式(1)计算钠和钾的百分含量:

$$\text{Na或K}(\%) = \frac{C_2 - C_1}{m \times 100} \times K \dots\dots\dots (1)$$

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

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

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 3 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 3 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 3

%

钠 量	标样允许差	试样允许差
0.005 ~ 0.050	± 0.004	0.005
0.050 ~ 0.200	± 0.010	0.015
0.200 ~ 0.500	± 0.025	0.035
0.500 ~ 1.000	± 0.045	0.065
1.000 ~ 1.500	± 0.070	0.095

表 4

%

钾 量	标样允许差	试样允许差
0.005 ~ 0.050	± 0.004	0.005
0.050 ~ 0.200	± 0.010	0.015
0.200 ~ 0.500	± 0.018	0.025
0.500 ~ 1.000	± 0.030	0.040
1.000 ~ 1.500	± 0.040	0.060

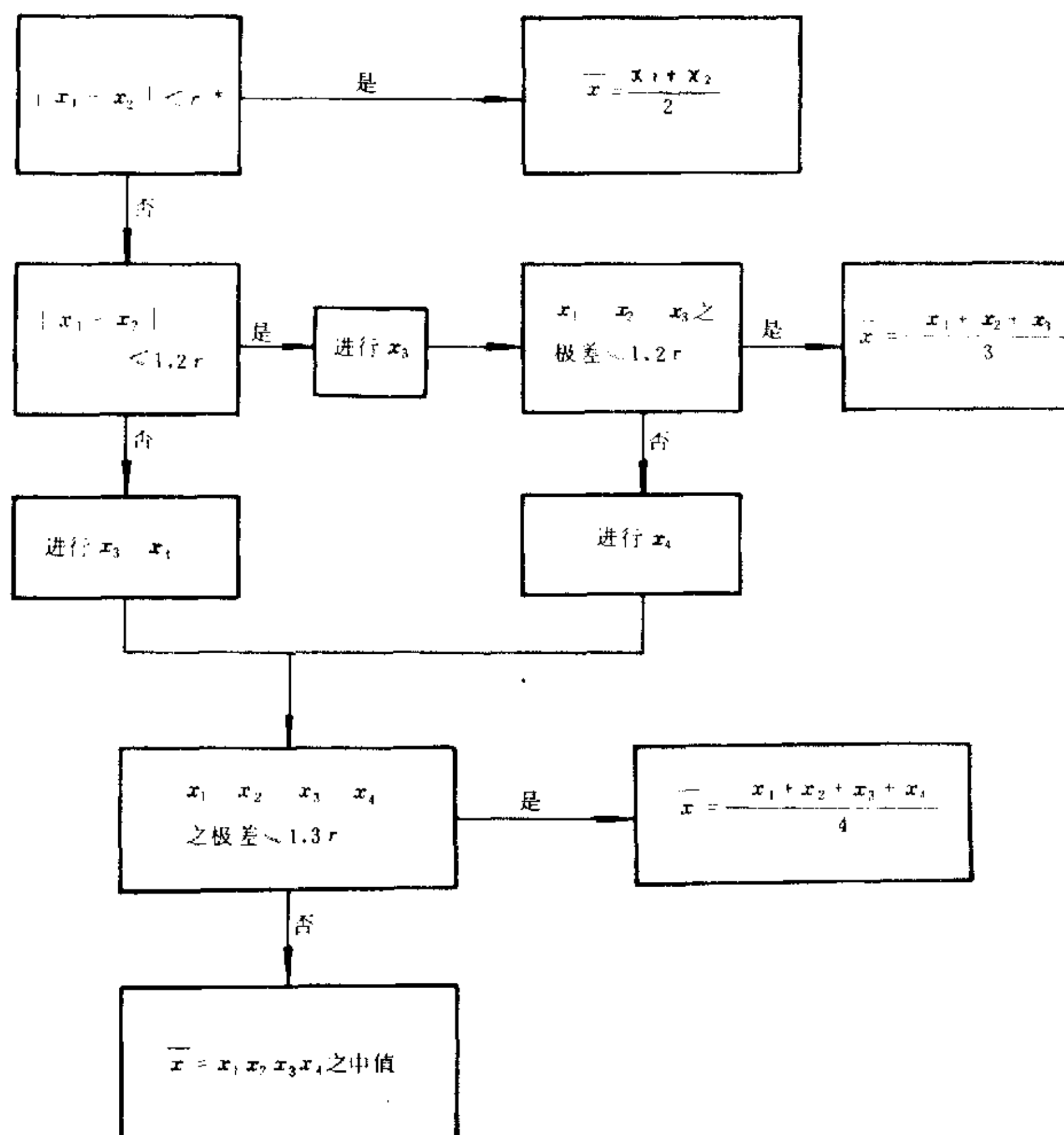
8 氧化物系数

按式(2)、(3)计算氧化钠或氧化钾百分含量:

$$\text{Na}_2\text{O}(\%) = 1.3480 \times \text{Na}(\%) \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{K}_2\text{O}(\%) = 1.2046 \times \text{K}(\%) \dots\dots\dots (3)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



31 32 33 34 35

*r即表3或表4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 ——零浓度标准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。

本标准由包头钢铁公司钢铁研究所起草。

本标准主要起草人艾素坤。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中钾、钠的测定作废。