



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.36—2016  
代替 GB/T 6730.36—1986

## 铁矿石 铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Iron ores—Determination of copper content—  
Flame atomic absorption spectrometric method

(ISO 5418-2:2006, Iron Ores—Determination of copper—  
Part 2: Flame atomic absorption spectrometric method, MOD)

2016-02-24 发布

2016-11-01 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》分为以下部分：

——第 1 部分 铁矿石 分析用预干燥试样的制备；

……

——第 36 部分 铁矿石 铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

……

本部分为 GB/T 6730 的第 36 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 6730.36—1986《铁矿石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铜量》，本部分与 GB/T 6730.36—1986 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——增加了“警告”；

——增加了“1 范围”和“2 规范性引用文件”规范性一般要素，并增加了“9 试验报告”规范性技术要素；

——修改了“试样的分解”中的试剂用量；

——修改了“铜的百分含量”的计算公式；

——修改了“最终结果的计算”的表述；

——修改了“精密度”；

——本部分增加了“8.3 氧化物换算系数”；

——取消了原国家标准中的附录 B 的内容，增加了新附录 B 和附录 C 的内容。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 5418-2:2006《铁矿石 铜含量的测定 第 2 部分：火焰原子吸收光谱法》。

本部分与国际标准 ISO 5418-2:2006 相比较，除编辑性修改外，主要技术差异如下：

——规范性引用文件中用国家标准代替相应的国际标准，并增加引用 GB/T 12807，具体调整见第 2 章；

——ISO 5418-2:2006 的 7.4.1 中“残渣用碳酸钠熔融，用稀硝酸(1+50)浸取”修改为“残渣用 1 g 碳酸钠熔融，用稀硝酸(1+20)浸取”；

——ISO 5418-2:2006 的 7.4.2 中“移取部分试液( $x$  mL,  $x \geq 20$ )，加入  $0.2(100-x)$  mL 底液”修改为“准确移取部分试液 20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 16 mL 底液”。

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：上海出入境检验检疫局工业品与原材料检测技术中心、武钢研究院、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：任丽萍、张琳琳、朱志秀、闵红、徐杰、闻向东、陈自斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6730.36—1986。

# 铁矿石 铜含量的测定

## 火焰原子吸收光谱法

警告:本部分有可能涉及有害物质、危险操作和设备的安全。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规规定的要求。

### 1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了火焰原子吸收光谱法测定铁矿石中铜含量的方法。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿和造块,包括烧结产品中铜含量的测定,测定范围(质量分数): 0.004%~0.8%。

### 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 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,MOD)

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(GB/T 12808—1991,eqv ISO 648:1977)

### 3 原理

将试料用盐酸、硝酸和氢氟酸分解,加高氯酸发烟,定容后于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,使用空气-乙炔火焰测定铜的吸光度,并计算铜含量。

### 4 试剂

分析中只使用认可的分析纯试剂,水应符合 GB/T 6682 规定的二级水。

所使用的蒸馏装置应不含铜,去离子水不应与铜管和铜水龙头接触。

4.1 金属铁粉,铜含量(质量分数)≤0.001%。

4.2 无水碳酸钠。

4.3 盐酸,ρ 1.19 g/mL。

4.4 盐酸,1+2。

4.5 硝酸,ρ 1.42 g/mL。

4.6 硝酸,1+1。

4.7 高氯酸,ρ 1.67 g/mL。

4.8 氢氟酸,ρ 1.15 g/mL。

4.9 底液:溶解 15 g 金属铁粉(见 4.1)于 150 mL 盐酸中(见 4.4)。溶液冷却至室温,加 10 mL 硝酸(见



GB/T 6730.36—2016

4.5)。加热赶尽氮的氧化物,加 250 mL 高氯酸(见 4.7),蒸发冒烟 10 min,冷却,用水稀释至 1 000 mL。

4.10 铜标准溶液。

4.10.1 贮存溶液:称取 1.000 g 纯金属铜(99.9% 以上)溶于 30 mL 硝酸(见 4.6)中,加热除去氮的氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铜。

4.10.2 标准溶液 A:移取 100.00 mL 铜贮存溶液(见 4.10.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.10 mg 铜。

4.10.3 标准溶液 B:移取 10.00 mL 铜标准溶液 A(见 4.10.2)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.010 mg 铜。

5 仪器

除非另有规定,普通实验室仪器,包括容量瓶和移液管,需符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808的规定。

5.1 聚四氟乙烯(PTFE)烧杯,容量 150 mL。

5.2 原子吸收光谱仪。

警告:按照操作指南点燃和熄灭空气-乙炔火焰,以避免可能的爆炸危险。燃烧器工作过程中,操作人员应佩戴有色防护眼镜。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标:

- 1) 最低灵敏度:在 10 cm 火焰宽度时,最高浓度标准溶液(见 7.4.3)的吸光度应不低于 0.3。
- 2) 校准曲线的线性:用同样方法测定时,校准曲线顶部 20%与底部 20%浓度范围的斜率值(表示为吸光度的变化)之比不应小于 0.7。
- 3) 最低稳定性:最高浓度标准溶液与零浓度标准溶液,经多次重复测定,吸光度的标准偏差与最高浓度标准溶液吸光度平均值之比应分别小于 1.5%和 0.5%。

注 1:建议使用配有氢或氘空心阴极灯的背景校正器。

注 2:仪器参数因型号而异,下列参数可供参考:

铜空心阴极灯电流(mA)	3
波长(nm)	324.7
空气流速(L/min)	10
乙炔流速(L/min)	2

对以上气体流量不合适的系统中,气体流速的比率仍可作为有用的参考。

6 取样和制样

6.1 实验室样品

按照 GB/T 10322.1 进行取制样。一般试样粒度应小于 100  $\mu\text{m}$ ,如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 160  $\mu\text{m}$ 。

注:化合水和易氧化物含量高的规定见 GB/T 6730.1。

6.2 预干燥试样的制备

按 GB/T 6730.1 在 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  下干燥试样。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

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,此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

### 7.2 空白试验和验证试验

#### 7.2.1 空白试验

随同试料分析做空白试验。分析多个试料时,可使用一个空白值。

#### 7.2.2 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。分析相同类型的多个试料时,可使用一个标准样品。

### 7.3 试料量

称取 0.50 g 预干燥试样(见 6.2),精确至 0.000 2 g。应快速称取,避免样品再吸湿。

### 7.4 测定

#### 7.4.1 试料的分解

将试料(见 7.3)置于聚四氟乙烯烧杯中,加少量水湿润,加入 15 mL 盐酸(见 4.3),盖上表面皿,缓慢加热,在微沸条件下至不再发生溶解反应。加入 5 mL 硝酸(见 4.5),加热 10 min。移去表面皿,加入 3 mL 氢氟酸(见 4.8),加热 10 min。用水冲洗杯壁,加入 5 mL 高氯酸(见 4.7)。缓慢加热至产生高氯酸白烟,冒烟 2 min~3 min。冷却后,加入 50 mL 水,缓慢加热溶解盐类。用致密滤纸将溶液过滤,收集滤液和淋洗液于 100 mL 容量瓶中。用温水彻底洗涤滤纸和残渣。溶液冷却后,用水稀释至刻度,混匀。

在分解试料操作中有值得注意量的残渣,或怀疑残渣含有可观量的铜,应将残渣分离测定。残渣用 1 g 碳酸钠(见 4.2)熔融,用稀硝酸(1+20)浸取,然后检测铜含量。相应地制备空白溶液。将残渣和主液的测定结果合并。

#### 7.4.2 试液的分取

当试料的铜含量高于 0.2% 时,按以下步骤进行稀释:准确移取部分试液 20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 16 mL 底液(见 4.9),用水稀释至刻度,混匀。试料中铜含量小于 0.2% 时,试液无需稀释。

试液进行稀释,则空白溶液按同样方法操作。

使用高灵敏度仪器,铜含量高于 0.1% 即可能需要稀释,铜含量在 0.5% 以上,移取试液体积不得小于 10 mL。

#### 7.4.3 标准曲线系列溶液的配制

根据待测试料的铜含量,选择标准溶液 A(见 4.10.2)或者标准溶液 B(见 4.10.3)进行校准曲线系列溶液的配制。铜含量在 0.01%~1.0% 之间,使用标准溶液 A。铜含量在 0.003%~0.02% 之间,使用标准溶液 B。

分别移取 1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 相应的标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加



GB/T 6730.36—2016

20.00 mL 底液(见 4.9)。用水稀释至刻度,混匀。移取 20.00 mL 底液(见 4.9)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度并混匀,即得零浓度标准溶液。

7.4.4 测量

在调整好的原子吸收光谱仪上,以空气-乙炔火焰,用水调零,按浓度从低到高的顺序,依次吸入系列标准溶液,于波长 324.7 nm 处测量吸光度。以铜浓度(μg/mL)为横坐标,标准溶液的净吸光度(减去“零浓度”溶液的吸光度)为纵坐标,绘制校准曲线。

在同样条件下,吸入空白试液、试料溶液和标准样品溶液,测量吸光度。根据溶液的净吸光度(减去空白试液吸光度),从校准曲线上查出铜的浓度(μg/mL)。

8 结果计算

8.1 铜含量的计算

按式(1)计算铜含量  $w_{Cu}$  (质量分数),用%表示:

$$w_{Cu} = \frac{c \times 100}{\frac{mV}{100} \times 10\,000} = \frac{c}{mV} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  
 $c$  ——试液中铜的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);  
 $m$  ——试料量,单位为克(g);  
 $V$  ——7.4.2 中分取的试液体积,单位为毫升(mL),未稀释时, $V=100$ 。

8.2 结果的一般处理

8.2.1 重复性和允许差

本分析方法的精密度由回归方程式(2)~式(5)表示:

$$\begin{aligned} R_d &= 0.018\,7X^{0.502\,4} \dots\dots\dots(2) \\ P &= 0.046\,6X^{0.570\,0} \dots\dots\dots(3) \\ \sigma_d &= 0.006\,6X^{0.502\,4} \dots\dots\dots(4) \\ \sigma_L &= 0.015\,6X^{0.582\,8} \dots\dots\dots(5) \end{aligned}$$

式中:  
 $X$  ——预干燥试料中铜的质量分数,用%表示:  
式(2)和式(4)中, $X$  为两次测定结果的算术平均值;  
式(3)和式(5)中, $X$  为两个实验室最终结果的算术平均值;  
 $R_d$  ——重复性限;  
 $P$  ——实验室间允许差;  
 $\sigma_d$  ——实验室内标准偏差;  
 $\sigma_L$  ——实验室间标准偏差。  
注: 参见附录 B 和附录 C。

8.2.2 分析结果的确定

按照附录 A 的步骤,根据式(1)计算独立重复测量结果,与重复性限( $R_d$ )进行比较,得出最终实验室结果  $\mu_c$ (见 8.2.5)。

8.2.3 实验室间精密度

实验室间精密度用以评价两个实验室报告的最终结果之间的一致性。两个实验室按照 8.2.2 中规定的相同步骤报告结果后,按式(6)计算:

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \dots\dots\dots (6)$$

式中:  
 $\mu_1$  ——实验室 1 报告的最终结果;  
 $\mu_2$  ——实验室 2 报告的最终结果;  
 $\mu_{12}$  ——最终结果的平均值。  
如果  $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$ , 则最终结果是一致的。

8.2.4 分析值的验收

分析值的验收使用认证标准样品进行验证,步骤与以上所述相同。确认精密度后,实验室最终结果  $\mu_c$  与标准值  $A_c$  比较。如:

- a)  $|\mu_c - A_c| \leq C$ , 测量值与标准值之间无显著差异;
- b)  $|\mu_c - A_c| > C$ , 测量值与标准值之间有显著差异。

式中:  
 $\mu_c$  ——标准样品的测量值;  
 $A_c$  ——标准样品的标准值;  
 $C$  ——该值取决于所使用标准样品的种类。

对于通过实验室间认证的标准样品:

$$C = 2 \sqrt{\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_c)} \dots\dots\dots (7)$$

式中:  
 $V(A_c)$  ——标准值  $A_c$  的方差(对于仅由一个实验室认证的标准样品,则为 0);  
 $n$  ——标准样品的重复测定次数。

对于仅由一个实验室确定的标准样品,除非已确认该标准值没有偏差,否则应避免采用。

8.2.5 最终结果的计算

最终结果是试样可接受值的算术平均值,也可按附录 A 中规定进行操作,计算至小数点后第五位,并按数字修约规则修约小数点后第三位。

- a) 当小数的第四位数字小于 5 时,舍去,第三位数字不变;
- b) 当小数的第四位数字是 5,第五位数字不是 0 时,或者小数的第四位数字大于 5 时,第三位数字进 1;
- c) 当小数的第四位数字是 5,第五位数字是 0 时,如果第三位数字为 0、2、4、6、8 时,第三位数字不变,如果第三位数字为 1、3、5、7、9 时,则第三位数字进 1。

8.3 氧化物换算系数

氧化物换算系数,以 % 表示,如式(8):

$$w_{CuO} = 1.251\ 8 w_{Cu} \dots\dots\dots (8)$$

## GB/T 6730.36—2016

### 9 试验报告

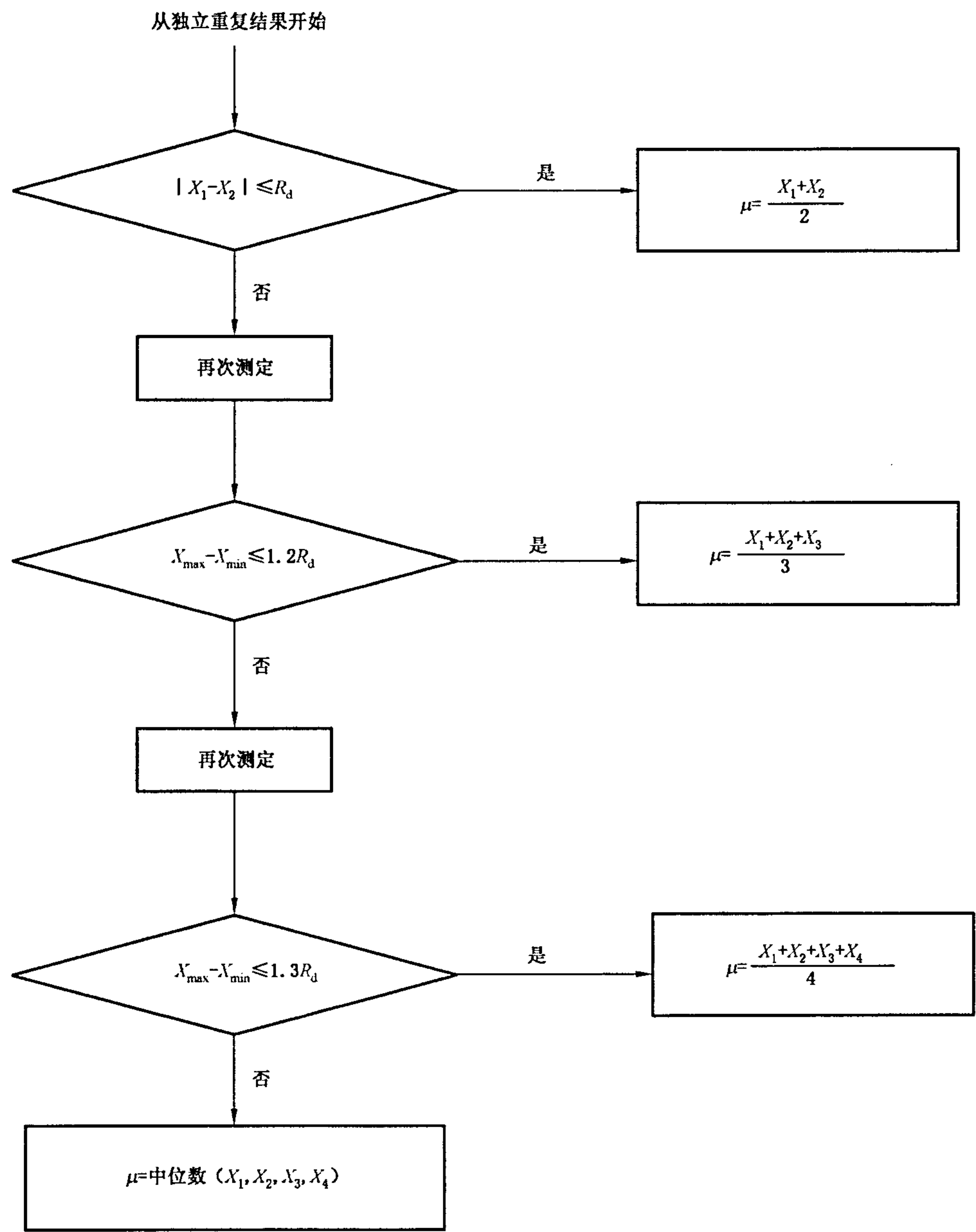
试验报告应包括下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分编号；
- d) 识别试样的必要细节；
- e) 分析结果；
- f) 所用标准样品的编号；
- g) 在测定过程中注意到的任何特征和本部分中没有规定的可能会影响结果(对试样或标准样品)的任何操作。



附录 A  
(规范性附录)  
试样分析值验收流程图

图 A.1 给出了试样分析值验收流程图。



注：R<sub>d</sub> 见 8.2.1。

图 A.1 试样分析值验收流程图

附 录 B  
(资料性附录)  
精密度表达

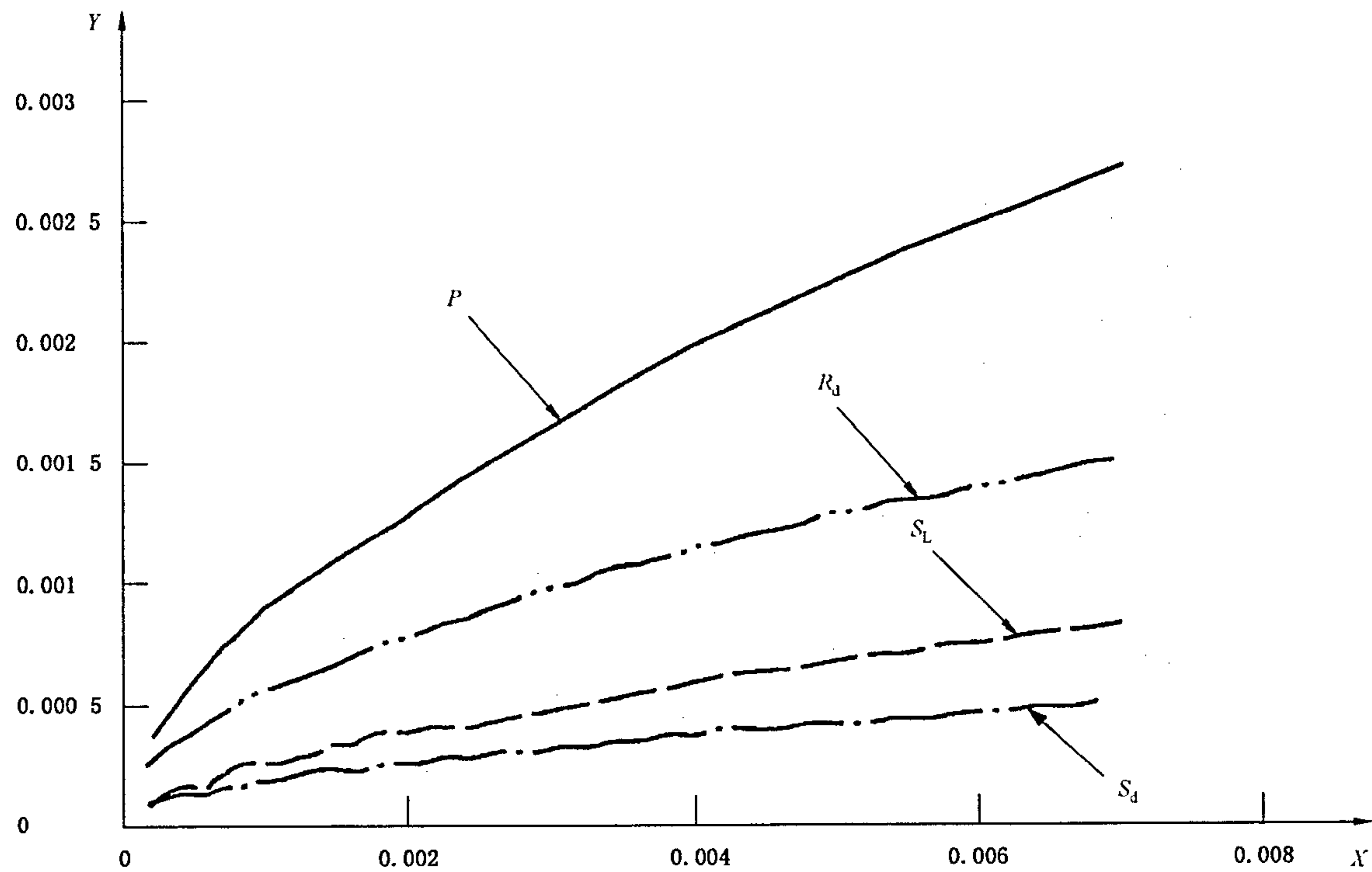
8.2.1 所述精密度是在 1972—1973 年由来自 9 个国家的 45 个实验室对 5 个铁矿样品进行国际分析试验所得的结果统计得到的。  
附录 C 给出了精密度数据的处理图。  
试验所用试样列于表 B.1 中。

表 B.1 试样铜的含量

试 样	铜的质量分数/%
瑞典(72-1)	0.001 1
瑞典(72-2)	0.011 3
Roasting residue (Purpurerz) (72-3)	0.072
俄罗斯黄铁矿渣(72-4)	0.378
Forsbo ore (72-5)	0.781

附 录 C  
(资料性附录)  
国际分析试验所得精密度数据

图 C.1 给出了精密度对铜含量  $X$  的最小二乘法拟合图。



说明：  
 $X$  ——铜的质量分数，%；  
 $Y$  ——精密度，%。

图 C.1 精密度对铜含量  $X$  的最小二乘法拟合图



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铁矿石 铜含量的测定  
火焰原子吸收光谱法  
GB/T 6730.36—2016

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字  
2016 年 4 月第一版 2016 年 4 月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-54079

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 6730.36-2016