



中华人民共和国国家标准

GB/T 31311—2014

冶金级萤石 铅含量的测定 溶剂萃取原子吸收光谱法

Metallurgical-grade fluorspar—Determination of lead content—Solvent
extraction atomic absorption spectrometric method

(ISO 9779:1993, MOD)

2014-12-05 发布

2015-09-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准采用重新起草法修改采用 ISO 9779:1993《冶金级萤石 铅含量的测定 溶剂萃取原子吸收光谱法》。

本标准与 ISO 9779:1993 相比较,主要做了如下修改:

- 在规范性引用文件中用国家标准代替对应的国际标准;
- 增加了试剂中碘化钠,抗坏血酸,三辛基氧化膦,铅粉,质量分数 $\geq 99.9\%$,碳酸钙和盐酸, $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 的条款;
- 增加了原子吸收光谱仪的工作指标要求;
- 梨型分液漏斗容积 100 mL 修改为 125 mL;
- 铂金皿修改为铂金皿或聚四氟乙烯烧杯;
- 增加了试料的测定次数;
- 校准溶液的制备采用与试料溶解一致的操作步骤进行,同时删除了表 1;
- 增加了计算结果表示的内容;
- 增加了本标准的精密度;
- 增加了附录 A 试样分析结果接受程序流程图;
- 做了编辑性修改,合并和修改了有关仪器操作和校准溶液制备的描述内容。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位:宁波检验检疫科学技术研究院、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:林力、郑琳、王艳、应海松、黄世杰、王婷婷、刘在美、张建波、仇金辉、王姜维。

冶金级萤石 铅含量的测定

溶剂萃取原子吸收光谱法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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条件。

1 范围

本标准规定了溶剂萃取萤石中铅含量的原子吸收光谱测定方法。

本标准适用于冶金级萤石中铅含量的测定,测定范围(质量分数)为 0.000 6%~0.01%。

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 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸(GB/T 6005—2008,ISO 565:1990,MOD)

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 22564 萤石 取样和制样(GB/T 22564—2008,ISO 8868:1989,IDT)

3 原理

试样用硝酸、氢氟酸和高氯酸的混合酸进行消解,经蒸干后、盐酸溶解盐类,蒸馏水稀释后用三辛基氧化膦的 4-甲基-2-戊酮溶液萃取铅,形成样品溶液。采用原子吸收光谱法,空气-乙炔火焰、铅空心阴极灯,于波长 283.3 nm 处测量试液中铅的吸光度,根据待测元素浓度与吸光度之间的定量关系,计算出待测元素的含量。

4 试剂

除非另有说明,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的二级水或与其纯度相当的水。

4.1 碘化钠。

4.2 抗坏血酸。

4.3 三辛基氧化膦。

4.4 铅粉,质量分数 $\geq 99.9\%$ 。

4.5 碳酸钙。

4.6 4-甲基-2-戊酮。

4.7 盐酸, $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

4.8 硝酸, $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ 。