

团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

钒钛磁铁矿 铁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Vanadium titanium magnetite ore—Determination of iron—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

(征求意见稿)

(在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/F20）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/F20）归口。

钒钛磁铁矿 铁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

重要提示（危险或警告或注意）：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒钛磁铁矿中铁的含量。

本文件适用于钒钛磁铁矿原矿、精矿、烧结矿、球团矿和尾矿等矿产品中铁含量的测定，测定范围（质量百分比）：7%~55%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1-2014 铁矿石 取样和制样方法（GB/T 10322.1-2014/ISO 3082:2009）

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单刻度容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度移液管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

钒钛磁铁矿 vanadium titanium magnetite ore

以铁、钛、钒元素为主，共生或伴生铬、钴、镍、镓、铈、硫等有价值元素的磁性矿石。

[来源：GB/T 42346-2023，3.1]

4 原理

以碱性熔剂熔融分解样品和稀酸溶解熔融物，以水稀释定容后引入电感耦合等离子体原子发射光谱

仪，测量铁元素分析谱线的信号强度，根据校准曲线回归方程计算待测元素的含量。

5 试剂与材料

5.1 通用要求

除另有说明外，在分析中仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上去离子水或其它纯度相当的水。

5.2 碳酸钾（钠）-硼酸混合熔剂。

将研细的无水碳酸钾（钠）与硼酸按质量比1：1混匀，置于干燥器保存。

5.3 纯铁粉

纯度不低于99.99%，置于干燥器中保存。

5.4 二氧化钛

纯度不低于99.99%，预先在105℃~110℃干燥1 h，并在干燥器中冷却至室温。

5.5 盐酸

$$\rho = 1.19 \text{ g/mL}$$

5.6 盐酸（1+5）

将盐酸（见 5.5）与水按体积比 1+5 混合。

5.7 铁标准储备溶液，10.00 mg/L

称取1.000 0 g 高纯铁（纯度不低于99.99%）置于250 mL锥形瓶中，加入30 mL盐酸（见5.5）加热溶解完全，冷却后，移入100 mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10.00 mg铁。也可采用其它国家标准进行配制或使用有证标准物质/样品。

5.8 氩气

纯度不低于 99.99%。

6 仪器及设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

可以使用任何型号的电感耦合等离子体原子发射光谱仪，根据制造商的建议和实验室定量分析操作规程初始调节电感耦合等离子体原子发射光谱仪，按照 8.5.3 进行仪器的准备和确认，按照附录 B 进行仪器设备性能试验，应达到下列技术指标：

- 本文件不指定特殊的分析谱线，推荐使用的分析谱线列于附录 D 中的表 D.1。在使用时，应根据仪器特点仔细检查谱线的背景校正位置以及光谱干扰情况。
- 每条使用的分析谱线的带宽，带宽应小于 0.03 nm。
- 较短时间内连续测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度 11 次，绝对强度或

相对强度的相对标准偏差不应超过 0.5 %。

- d) 每隔 20 min 测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度 11 次，绝对强度或相对强度的相对标准偏差不应超过 1 %。
- e) 校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查，相关系数应大于 0.999。

6.2 玻璃计量器具

单刻度容量瓶应符合 GB/T 12806 的规定，分度移液管应符合 GB/T 12807 的规定，单标线移液管应符合 GB/T 12808 的规定。

6.3 铂坩埚

容量不小于 30 mL。

6.4 天平

感量：0.1mg。

7 取制样

按照 GB/T 10322.1-2014 的规定进行试样的采取和制备，试样应全部通过 0.125 mm 筛孔，并按 GB/T 6730.1 进行干燥。

8 步骤

8.1 试料

称取试样 0.100 0 g，精确至 0.000 1 g。

8.2 测定次数

对同一试料（见 8.1），至少独立测定 2 次。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验测定，所用试剂须取自同一试剂瓶。

8.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

8.5 测定

8.5.1 试液的制备

称取 1.00 g 混合熔剂（见 5.1）置于铂坩埚中，加入试料（见 8.1），用铂丝或不锈钢丝将试料与熔剂混匀，在 950 °C ~ 1000 °C 的马弗炉中熔融 30 min，取出坩埚，冷却至室温。洗净铂坩埚外壁，置于盛有 120 mL 稀盐酸溶液（见 5.6）的 250 mL 烧杯中，盖上表面皿低温加热浸取熔融物，并保持浸取液于微沸状态，反应过程中以适量水冲洗杯壁和保持溶液体积不小于 110 mL，熔融物溶解完全后，取出并洗净铂坩埚，溶液冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 校准曲线标准溶液的配制

根据钒钛磁铁矿样品中二氧化钛的实际含量水平进行基体匹配，通常推荐按照样品中近似含有15%的二氧化钛计算。可分别选用标准溶液加入法或固体氧化铁熔融法配制校准曲线标准溶液。

标准溶液加入法：称取0.015 g 二氧化钛（见5.4）各11份，按8.5.1进行试料分解和以稀酸溶解熔融物，试液分别转移至11个250 mL容量瓶中，然后按表2加入待测元素铁的标准溶液，以水定容，制备11个校准标准溶液。

表 1 推荐系列校准溶液

序号	标准溶液加入法			
	铁标准溶液（见 5.7）		校准溶液	
	浓度(μg/mL)	分取体积(mL)	浓度(μg/mL)	对应含量 (%)
1	10 000.0	0.7	28.00	7.00
2		1.0	40.00	10.00
3		1.5	60.00	15.00
4		2.0	80.00	20.00
5		2.5	100.00	25.00
6		3.0	120.00	30.00
7		3.5	140.00	35.00
8		4.0	160.00	40.00
9		4.5	180.00	45.00
10		5.0	200.00	50.00
11		5.5	220.00	55.00

8.5.3 仪器的准备和确认

仪器的准备和确认如下：

- 开启电感耦合等离子体原子发射光谱仪及其附属设备，点燃等离子体，直至仪器运行状态稳定。
- 设置待测元素分析谱线（参见附录D表D.1）及其背景校正和检测积分区域，以及设定射频功率、观测高度、蠕动泵速度、雾化器压力、积分时间等电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件（参见附录D表D.2）。
- 检查并确认符合6.1中所要求的各项仪器性能指标。

8.5.4 校准曲线的绘制

仪器运行稳定后，分别按照待测元素浓度由低至高依次测量系列校准溶液（见8.5.2）中待测元素分析谱线的发射光谱信号强度，每次测量之间吸入水或稀盐酸溶液冲洗，试液至少应重复测量3次。以分析谱线的光谱信号强度值减去同步背景信号强度的净强度值作为纵坐标、校准溶液中待测元素的浓度值作为横坐标绘制校准曲线。计算相关系数，相关系数应符合6.1e。

校准曲线建立后宜储存于光谱仪操作软件内，以后使用时可直接调用并且可仅使用最高浓度点和最低浓度点两个校准标准溶液对保存的校准曲线执行两点再校正程序，然后进行试样的测量分析。

8.5.5 试液的测定

在与 8.5.4 相同条件下，将空白试液（见 8.3）和待测试液（见 8.5.1）依次引入 ICP 光谱仪进行测量，每次测量之间吸入水冲洗，试液至少应重复测量 3 次。

计算机采集所测定的试样溶液中待测元素分析谱线的净强度信号，然后通过所建立的校准曲线自动

计算出元素在溶液中的含量。

9 分析结果及其表示

9.1 结果计算

根据试液的光谱信号净强度值从校准曲线的回归方程中分别计算各元素的浓度值，按式（1）计算被测元素 M 的含量 ω_M ，以质量分数（%）表示。

$$\omega_M = \frac{V \times (c - c_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_M ——待测元素含量，单位为质量分数（%）；

c ——试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——空白试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——被测试液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料质量，单位为克（g）。

9.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ，则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ，则按照附录B的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按GB/T 8170将数值修约至小数点后两位。

10 精密度

本标准的精密度数据是在 2024 年由 X 个实验室，对 6 个水平的铁含量进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铁含量在 GB/T6379.1 规定的重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据（见附录 D）按 GB/T 6379.2 进行统计分析，统计结果表明铁的质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 间分别存在函数关系，函数关系式见表 2。

表 2 精密度函数关系式

元素	质量分数，%	重复性限 r	再现性限 R
Fe	7~54	$\lg r = -1.02943 + 0.54163 \lg m$	$\lg R = -1.10935 + 0.76172 \lg m$

11 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) 采用的文件；
- d) 样品识别必要的详细说明；

- e) 分析结果;
- f) 结果的测定次数;
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附 录 A
(规范性)
标准储备溶液配制方法

A.1 铁标准储备溶液(10.00 mg/mL)

称取10.0000 g 高纯铁(纯度不低于99.99%)置于250 mL锥形瓶中,加入30 mL盐酸(见5.5)和10 mL硝酸(见5.6)加热溶解完全,冷却后,移入100 mL容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含铁浓度为: 10.00 mg/mL。

附录 B

(规范性)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪性能试验

B.1 目的

本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体光谱仪的性能进行适当的测定，允许不同的仪器使用不同的操作条件，但等离子体光谱仪最终能产生一致的结果。

整个性能试验步骤用三个基本参数考核：检测限(DL)，背景等效浓度(BEC)和短期精密度(RSD)。

注：对于试样溶液中元素浓度高于5000×DL，RSD是唯一的需要评价的性能参数。

需要试验的元素列入表 B.1。

表 B.1 元素检测限

元素	DL (μg/mL)
Fe	≤1.0

B.2 定义

B.2.1 检测限 (DL)

当元素产生最小浓度信号时，可以认为超出了任何带有一定规定等级的伪背景信号；另一方面，元素浓度产生信号是背景水平值标准偏差的三倍。

B.2.2 背景等效浓度 (BEC)

是产生与背景强度值相等的净强度相当于分析元素的浓度；是对给定波长灵敏度的度量。

B.2.3 短期精密度 (RSD)

在测定条件下所得仪器的一系列读数的相对标准偏差。

B.3 背景等效浓度和检测限

制备 3 份溶液，含待测元素浓度分别为：0 浓度水平，10 倍检测限，1000 倍检测限。这些溶液含有与待测样品相似浓度的酸、基体元素。

制备参比溶液的检测限可以是实验室值或是表 B.1 中给出的估计值。

应按制造商的建议和实验室定量分析的实践经验对等离子体光谱仪进行最初的调节。吸入空白液并取 10 次强度读数。对另外两种参比溶液重复此操作。

按式 (A.1) 计算分析曲线的斜率。

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \dots\dots\dots(B.1)$$

式中：

M ——分析曲线的斜率，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

C_2 ——10 倍检测限溶液的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

I_2 ——10 倍检测限溶液 10 次原始强度读数的平均值；

I_b ——空白溶液 10 次强度读数的平均值。

按式 (B.2) 计算检测限 (DL)，单位为微克每毫升 (μg/mL)。

$$D_L = 3S_b M \dots\dots\dots(B.2)$$

式中：

S_b ——10 次空白强度读数的标准偏差。

按式 (B.3) 计算背景等效浓度 (BEC):

$$BEC = M \times I_b \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

BEC——背景等效浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

按式 (B.4) 从原始平均强度 (I_3) 与空白平均强度 I_b 的差值来计算 1000 倍检测限溶液的净平均强度 (IN_3), 如下:

$$IN_3 = I_3 - I_b \dots\dots\dots (B.4)$$

式中:

I_3 ——1000 倍检测限溶液 10 次原始强度读数的平均值。

按式 (B.5) 计算 1000 倍检测限溶液的净强度相对标准偏差。

$$RSDN_{\min} = \frac{\sqrt{(S_3^2 + S_b^2)}}{IN_3} \times 100 \dots\dots\dots (B.5)$$

式中:

S_3 ——1000 倍检测限溶液的 10 次强度读数的标准偏差。

$RSDN_{\min}$ 是元素浓度为 $1000 \times DL$ 溶液的估计值。

附录 C
(规范性)
试验样分析值接受程序流程图

图C.1 为试样分析结果接受程序流程图。

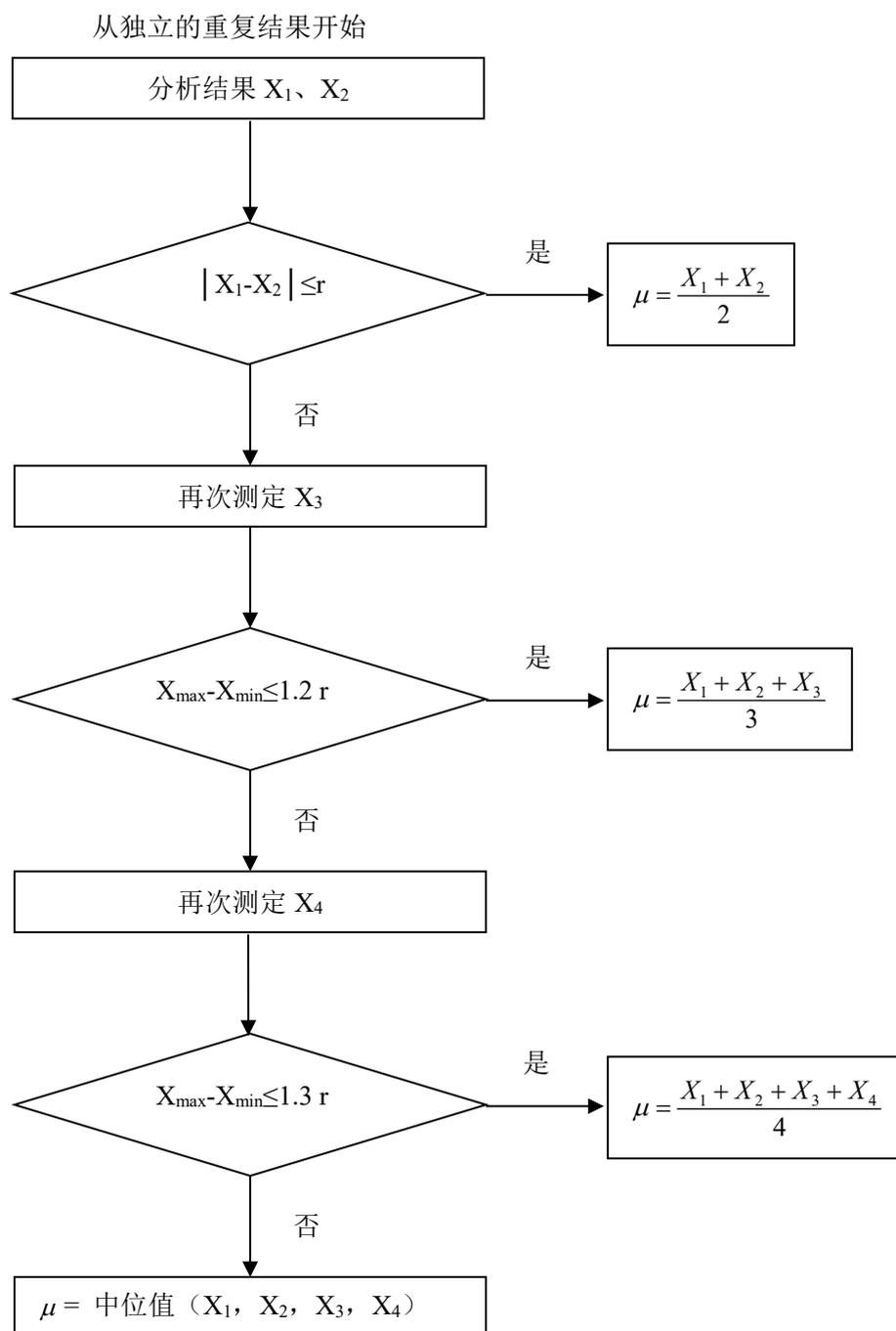


图 C.1 试验样分析值接受程序流程

附录 D

(资料性)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作参数

表C.1、表C.2 分别给出了推荐分析谱线以及典型全谱直读等离子体原子发射光谱仪的工作参数。

表D.1 推荐分析谱线

元素	波长 (nm)
Fe	239.562, 240.488, 261.187, 271.441

表 D.2 光谱仪工作参数

RF 功率 (W)	观测高度 (mm)	辅助气流量 (L/min)	泵速 (rpm)	积分时间(s)		雾化器压力 (MPa)
				>260nm	<260nm	
1150	11.9	1.0	55	15	25	0.22

附 录 E
(资料性附录)
共同精密度试验附加资料

E.1 精密度试验原始数据（见表D.1~D.XXX）。

实验室 i	水平 j					
	1	2	3	4	5	6
1	7.524	16.380	24.060	31.250	42.100	53.350
	7.476	16.590	24.240	31.540	42.630	53.800
	7.550	16.300	24.330	31.180	42.350	53.290
2	7.562	15.902	23.963	31.034	41.135	51.992
	7.459	16.034	24.003	31.257	41.472	51.913
	7.443	15.860	23.843	30.928	41.648	52.131
3	7.520	16.290	24.480	31.340	41.980	53.690
	7.560	16.350	24.390	31.450	42.300	53.460
	7.550	16.430	24.520	31.560	42.150	53.380
4	7.639	16.870	25.040	31.450	42.320	53.730
	7.425	16.500	24.940	30.800	42.210	54.160
	7.358	15.680	24.640	32.010	42.420	54.110
5	7.520	16.750	24.710	31.030	42.030	53.010
	7.380	16.450	24.570	32.090	42.140	53.320
	7.450	16.610	24.470	31.720	42.300	53.580
6	7.730	16.840	24.140	32.680	42.030	53.010
	7.680	16.290	24.410	31.360	42.140	53.320
	7.720	17.105	24.250	31.630	42.300	53.580
7	7.430	16.490	24.400	31.240	42.380	52.940
	7.390	16.720	24.260	31.010	42.160	53.510
	7.510	16.310	24.290	30.960	41.830	53.020
8	7.548	16.220	24.500	31.530	42.000	53.510
	7.545	16.240	24.530	31.520	41.900	53.170
	7.612	16.160	24.660	31.640	42.050	53.530