

团体标准

T/CISA XXXXX—202X

氟钛酸钠 第3部分：铁、硅、钙、镁、锰、 镍、铅、铬含量的测定 电感耦合等离子体 原子发射光谱法

Sodium fluotitanate—Part3: iron, silicon, calcium, magnesium, manganese,
nickel, plumbum and chromium contents Inductively coupled plasma atomic
emission spectrometry

（征求意见稿）

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中国钢铁工业协会

发布

前 言

本文件参照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》，GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》给出的规则起草。

T/CISA XXXX《氟钛酸钠》分为如下3部分：

- 第1部分：氟钛酸钠 钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法
- 第2部分：氟钛酸钠 总碳硫含量的测定 红外线吸收法
- 第3部分：氟钛酸钠 铁、硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为T/CISA XXXX的第3部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钒钛磁铁矿综合利用标准化技术委员会（SAC/TC579）归口。

本文件起草单位：河钢股份有限公司承德分公司、河北石油职业技术大学、承德钒钛新材料有限公司、攀西钒钛检验检测院（国家钒制品质量检验检测中心）、攀钢集团攀枝花钢铁研究有限公司

本文件主要起草人：

氟钛酸钠 第3部分：铁、硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

重要提示——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氟钛酸钠中铁、硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬含量的方法概述、试剂与材料、仪器与设备、样品、试验步骤。

本文件适用于氟钛酸钠中铁、硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬含量的测定。测定范围（质量分数）：铁 0.005 %~0.500 %，硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬： 0.001 %~0.200 %。

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 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
- GB/T 26497 电子天平

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法概述

试样用硫酸溶解至发烟，以盐酸溶解不溶性盐，定容。电感耦合等离子体发射光谱仪测定试样溶液中各元素被激发的发射光谱强度，根据与其基体匹配的系列标准工作曲线，计算出待测元素在试样中的百分含量。

5 试验条件

环境温度：18 ℃~30 ℃，湿度：<70%RH。

6 试剂与材料

6.1 一般要求

分析中除另有说明，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

6.2 硫酸

1+1。

6.3 盐酸

1+1。

6.4 铁标准溶液，1000 $\mu\text{g/mL}$

称取 1.0000g 的金属铁粉（质量分数不低于 99.99%），置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 盐酸（1+1）加热至溶解完全，冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶，加水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铁。

6.5 硅标准溶液，500 $\mu\text{g/mL}$

称取 0.534 8g 二氧化硅（质量分数不低于 99.9%），预先经 1 000C 灼烧 1 h 后，置于干燥器中，冷却至室温），置于加有 3 g 无水碳酸钠的铂坩埚中，搅拌均匀，上面再覆盖（1~2）g 无水碳酸钠，先将铂坩埚于低温处加热，再置于 950C 高温处加热熔融至透明，继续加热熔融 3min，取出，冷却。移入盛有冷水的聚丙烯或聚四氟乙烯烧杯中浸取，低温加热至熔块完全溶解。取出坩埚，仔细洗净，冷却至室温，将溶液移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮于聚丙烯或聚四氟乙烯瓶中，此溶液 1 mL 含 0.500 mg 铁。

6.6 钙标准溶液，1000 $\mu\text{g/mL}$

称取 2.4974 克碳酸钙（质量分数不低于 99.99%，预先经 105-110℃干燥 3 小时后，置于干燥器中，冷却至室温）。将碳酸钙溶于 40 毫升盐酸（1+3）中，加热赶除二氧化碳，冷却后转移至 1000 毫升容量瓶，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 钙。

6.7 镁标准溶液，1000 $\mu\text{g/mL}$

称取 1.000 0 g 的金属镁粉（质量分数不小于 99.99%）置于 500 mL 锥形瓶中，加入 100 mL（1+2）盐酸，加热溶解完全，冷却至室温后转移到 1000 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 镁。

6.8 锰标准溶液，1000 $\mu\text{g/mL}$

称取 0.500 0 g 的金属锰粉（质量分数不小于 99.99%）于 500 mL 锥形瓶中，加入 40 mL（1+2）硝酸加热溶解完全，煮沸驱尽氮氧化物，冷却至室温后转移到 500 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 锰。

6.9 镍标准溶液，1000 $\mu\text{g/mL}$

称取 1.0000g 的金属镍粉（质量分数不低于 99.99%），置于 500mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸（1+1）加热至溶解完全，冷却至室温，移入 1000mL 容量瓶，加水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 镍。

6.10 铅标准溶液，1000 $\mu\text{g/mL}$

称取 1.0000g 的金属铅粉（质量分数不低于 99.99%），置于 500 mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸（1+2）加热至溶解完全，冷却至室温，移入 1000mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铅。

6.11 铬标准溶液，1000 $\mu\text{g/mL}$

称取 1.0000g 的金属铬粉（质量分数不低于 99.99%），置于 500 mL 烧杯中，加入 100mL 盐酸（1+1）加热至溶解完全，冷却至室温后移入 1000 mL 容量瓶，加水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铬。

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。

6.12 氩气

纯度大于 99.99 %

7 仪器与设备

7.1 单标线移液管

应符合GB/T 12808的规定。

7.2 分度吸量管

应符合GB/T 12807的规定。

7.3 单刻度容量瓶

应符合GB/T 12806的规定。

7.4 电子天平

应符合GB/T 26497规定的显示分度值不大于0.1 mg，准确度等级不低于Ⅲ级。

7.5 聚四氟乙烯烧杯，200mL

7.6 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

7.6.1 根据仪器特点检查谱线的背景校正位置以及光谱干扰情况；

7.6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的初始调节应满足仪器说明书要求、符合实验室定量分析操作规程，并按 9.1 进行仪器的准备和确认。

7.6.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪技术指标应满足下列要求：

- a) 每条谱线使用的波长带宽应小于 0.030 nm；
- b) 较短时间内连续测 10 次待测元素校准曲线的最高浓度的净强度相对标准偏差不超过 1.5%；
- c) 在不少于 2h 内，间隔 15 min 以上，重复测量 6 次待测元素的校准曲线的最高浓度的净强度相对标准偏差不超过 3%；
- d) 铁元素的检出限不大于 0.050 $\mu\text{g/mL}$ ，硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬的检出限不大于 0.01 $\mu\text{g/mL}$ ；
- e) 标准曲线的线性通过计算相关系数进行检查，曲线的相关系数不小于 0.999。

8 样品

按照 GB/T 6678 的要求采取和制备，试样应全部通过0.125 mm筛孔。

9 试验步骤

9.1 分析准备

仪器预热1 h后，按照操作说明调整性能参数（7.6），达到最优测试条件。

9.2 试料量

称取试料0.2000 g。

9.3 测定次数

对同一试料，应独立测定2次。

9.4 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。

9.5 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

9.6 分析试液的准备

9.6.1 试料溶液的制备

将试样（8）置于聚四氟乙烯烧杯（7.5）中，加入10mL硫酸（6.2）于电热板上低温加热至冒硫酸烟，待硫酸烟冒尽后，取下冷却至室温，加入10mL盐酸（6.3），30mL水继续加热，至样品完全溶解，取下冷却。转移至100mL容量瓶中，稀释，定容。

9.6.2 校准溶液的制备

将各元素标准溶液分别加入5个100mL容量瓶中，加入量及相对应的百分含量如表1所示。

表1 制作校准曲线的标准溶液系列

| 分析元素 | 加入标准溶液 (浓度1 μg/mL) 体积/mL | | 加入标准溶液(浓度10 μg/mL) 体积/mL | | | | 相应试料中元素含量(质量分数)/% | | | | | |
|------|--------------------------------|----|--------------------------|---|---|----|-------------------|-------|-------|------|------|------|
| 铁 | 0.00 | 10 | 1 | 2 | 4 | 10 | 0.000 | 0.005 | 0.050 | 0.10 | 0.20 | 0.50 |
| 硅 | 0.00 | 2 | 0.5 | 1 | 2 | 4 | 0.000 | 0.001 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.20 |
| 钙 | 0.00 | 2 | 0.5 | 1 | 2 | 4 | 0.000 | 0.001 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.20 |
| 镁 | 0.00 | 2 | 0.5 | 1 | 2 | 4 | 0.000 | 0.001 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.20 |
| 锰 | 0.00 | 2 | 0.5 | 1 | 2 | 4 | 0.000 | 0.001 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.20 |
| 镍 | 0.00 | 2 | 0.5 | 1 | 2 | 4 | 0.000 | 0.001 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.20 |
| 铅 | 0.00 | 2 | 0.5 | 1 | 2 | 4 | 0.000 | 0.001 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.20 |
| 铬 | 0.00 | 2 | 0.5 | 1 | 2 | 4 | 0.000 | 0.001 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.20 |

9.7 测量

9.7.1 校准曲线绘制

用校准溶液（9.6.2）进行校准曲线的绘制。先使用零校准溶液，并按顺序吸入校准溶液，在每次吸入溶液之间吸入去离子水冲洗。至少重复测量2次，取两个读数的平均值。从校准溶液测出的光谱强度值对其元素的相应浓度绘制校准曲线。检查相关系数等指标。

9.7.2 试样溶液测量

测量试料溶液（9.6.1），在每次吸入溶液之间吸入去离子水。至少重复测量2次，取两个读数的平均值。

10 试验数据处理

10.1 分析结果的计算

根据试验溶液的光谱强度值从校准曲线中分别计算各自的浓度值。

按式（1）计算待测元素的质量分数。

$$w = \frac{(\rho_I - \rho_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- w — 待测元素的质量分数（%）；
- ρ_I — 试样溶液中待测溶液的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- ρ_0 — 空白试验中待测元素的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- V — 校正和试验溶液的最终体积，单位为毫升（mL）；
- m — 试料质量，单位为克（g）。

10.2 分析结果的表示

允许差分析结果以质量分数表示，按GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定修约至与允许差小数相同位数。

11 允许差

同一试样两次测定结果差值的绝对值应不大于表2规定的允许差。

表 2 允许差

| 元素 | 含量（质量分数） | 允许差 |
|---------------|----------------|--------|
| 铁 | 0.005%~0.050% | 0.002% |
| | >0.050%~0.100% | 0.010% |
| | >0.100%~0.500% | 0.030% |
| 硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬 | 0.001%~0.020% | 0.001% |
| | >0.020%~0.050% | 0.002% |
| | >0.050%~0.100% | 0.008% |
| | >0.100%~0.200% | 0.015% |

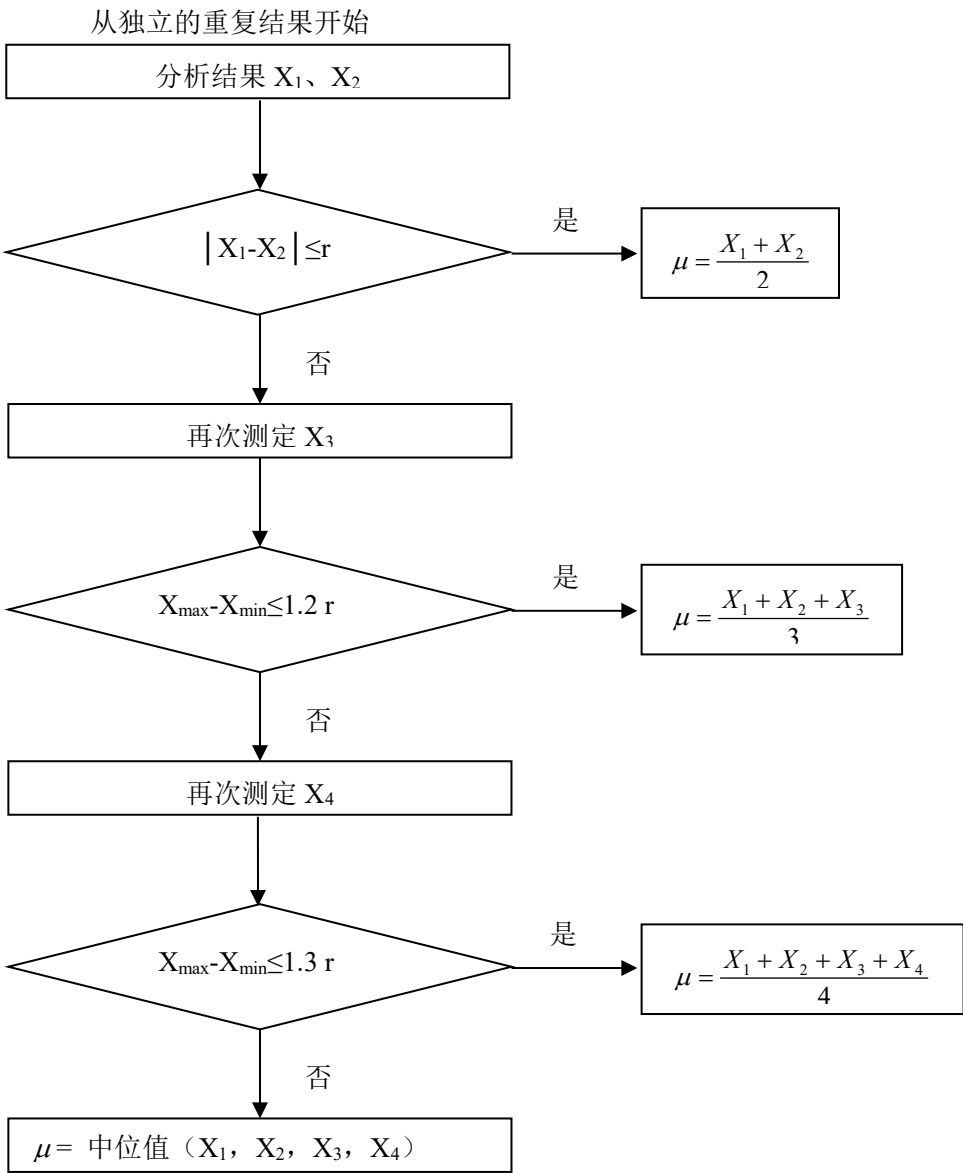
12 试验报告

试验报告应包括但不限于下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本文件编号；
- 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)
试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受流程图如图A.1所示。



标引符号说明：

Xmax——独立测定结果的最大值；

Xmin——独立测定结果的最小值。

图 A.1 试样分析值接受程序流程图