

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T XXXX.3—XXXX

钛铁矿化学分析方法

第3部分：铝、钙、镁、钾、钠、钛、 锰、铬、锶、钒和锌含量的测定 混合酸 分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of ilmenite—Part 3: Determination of aluminium, calcium, magnesium, potassium, sodium, titanium, manganese, chromium, strontium, vanadium and zinc contents—Mixed acid digestion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国自然资源部 发布

目 次

前 言	II
引 言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 试验条件	2
6 试剂或材料	2
7 仪器设备	2
8 样品	2
9 试验步骤	2
9.1 空白试验	2
9.2 验证试验	3
9.3 样品分解	3
9.4 校准溶液系列的配制	3
9.5 测定	3
9.6 校准曲线的绘制	3
10 试验数据处理	3
11 精密度	4
12 正确度	5
13 质量保证和控制	5
附 录 A （资料性） 电感耦合等离子体发射光谱仪参考工作条件.....	6
附 录 B （资料性） 实验室间准确度协作试验数据统计结果.....	7

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。

本文件是DZ/Txxxx-xxxx《钛铁矿化学分析方法》的第3部分。DZ/Txxxx-xxxx已经发布了以下部分：

——第1部分： 二氧化钛含量的测定 锌片还原-硫酸高铁铵滴定法；

——第2部分： 二氧化钛含量的测定 过氧化氢分光光度法；

——第3部分： 铝、钙、镁、钾、钠、钛、锰、铬、锶、钒和锌含量的测定 混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC93）归口。

本文件起草单位：山东省地质科学研究所。

本部分主要起草人：王卿、夏传波、赵伟、刘耀华、姜云、钱惠芬、吕振生、张伟、田兴磊、郑建业。

引 言

矿产资源是国民经济社会发展的重要物质基础。钛铁矿是提取钛和二氧化钛的主要矿物，是制取金属钛、钛合金、人造金红石、钛白粉等的主要矿物，也是钛工业的主要原料。钛白不仅是性能优异的白色颜料，而且是重要的化工原料，广泛用于涂料、油墨、塑料、橡胶、造纸和化纤工业。钛和钛合金钛材主要用于航空和宇航部门、汽车、船舶和石油钻探等方面，已发展成为仅次于锰钢的第二大钢系。钛铁矿的储量、勘查和开采在我国国民经济中的作用越来越重要，而对钛铁矿中各组分的准确分析的需求也变得越来越迫切。

而钛铁矿分析现无标准方法，一直参照钒钛磁铁矿、铁矿石分析方法执行，而且分析方法多为容量法、比色法等单元素经典分析方法。

DZ/T XXXX-XXXX《钛铁矿化学分析方法》旨在确立普遍适应于钛铁矿、钒钛磁铁矿中二氧化钛含量的两种分析方法和部分主、微量成分含量的电感耦合等离子体原子发射光谱法分析的准则，拟由三个部分构成。

——第1部分：二氧化钛含量的测定 锌片还原-硫酸高铁铵滴定法。目的在于确立钛铁矿中二氧化钛含量在2%~20%之间，用锌片还原-硫酸高铁铵滴定法测定二氧化钛含量的相关规则。

——第2部分：二氧化钛含量的测定 过氧化氢分光光度法。目的在于确立钛铁矿中二氧化钛含量在0.1%~20%之间，用过氧化氢分光光度法测定二氧化钛含量的相关规则。

——第3部分：铝、钙、镁、钾、钠、钛、锰、铬、锶、钒和锌含量的测定 混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件的三个部分明确了钛铁矿样品的分解和测定条件，确定了包括方法检出限、测定范围、精密度、正确度等技术指标和检验参数。让分析人员测定钛铁矿时有据可依，从而为钛铁矿主、微量元素的准确测定提供可靠地质量保证，为钛铁矿资源调查、相关产品的开发利用以及钛铁矿品味和储量评价提供有力的技术支撑。

钛铁矿化学分析方法

第3部分：铝、钙、镁、钾、钠、钛、锰、铬、锶、钒和锌含量的测定 混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。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条件。

1 范围

本文件规定了混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）测定钛铁矿中的铝、钙、镁、钾、钠、钛、锰、铬、锶、钒、锌含量。

本文件适用于钛铁矿、钒钛磁铁矿中铝、钙、镁、钾、钠、钛、锰、铬、锶、钒和锌含量的测定，其中铝、钙、镁、钾、钠、钛、锰结果以氧化物表示。

方法检出限和测定范围见表1。

表1 方法检出限和测定范围

单位为%

成分	方法检出限	测定范围	成分	方法检出限	测定范围
Al ₂ O ₃	0.03	0.09~10.0	MnO	0.002	0.006~1.0
CaO	0.01	0.03~20.0	^a Cr	5	15~5000
MgO	0.003	0.009~20.0	^a Sr	1	3~1000
K ₂ O	0.001	0.003~2.5	^a V	2	6~5000
Na ₂ O	0.001	0.003~2.5	^a Zn	4	12~2500
TiO ₂	0.001	0.003~20.0	—	—	—
^a 该成分的含量范围单位为微克每克(μg/g)					

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 6379.2 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 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法。

GB/T 6682 分析实验室用水规则和试验方法。

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定。

JJG 768 发射光谱仪检定规程。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品采用盐酸、硝酸、氢氟酸、硫酸分解，赶尽氢氟酸，保留极少量的硫酸，用王水（1+1）将残渣复溶后，移至25 mL聚乙烯容量瓶中，用水定容。以气动雾化方式将待测溶液引入高温等离子炬中，各激发态离子及原子回到基态发射出特征波长的光，在一定浓度范围内，样品溶液中待测元素的浓度与其特征谱线的强度成正比，通过测量特征谱线的信号强度来计算样品中待测元素的含量。

5 试验条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪检测时的温度、湿度、电压和频率等试验条件应符合JJG 768的相关要求。

6 试剂或材料

警示——氢氟酸、浓硫酸有强腐蚀性，操作时应戴防腐手套，一旦接触皮肤，应立即用大量水冲洗；浓硫酸稀释时操作不当易引起烧伤，应将酸注入水中，并且要缓慢注入同时不断搅拌。

除另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯级别的试剂；所用水符合GB/T 6682的二级要求。

- 6.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 6.2 硝酸($\rho=1.40$ g/mL)。
- 6.3 氢氟酸($\rho=1.13$ g/mL)。
- 6.4 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。
- 6.5 硫酸（1+1）。
- 6.6 王水：750 mL 盐酸(6.1)与 250 mL 硝酸(6.2)混合，摇匀。用时配制。
- 6.7 王水（1+1）。
- 6.8 王水（1+9）。
- 6.9 各成分标准储备溶液 [$\rho(B)=1.000$ mg/mL]：可使用市售有证的单元素标准溶液。逐级稀释，最终配制成王水（1+9）介质。
- 6.10 氩气[$\varphi(\text{Ar})\geq 99.996\%$]。

7 仪器设备

- 7.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 7.2 分析天平，感量 0.1 mg。
- 7.3 控温电热板，最高温度一般不低于 250 °C，控温精度 ± 5 °C。
- 7.4 带盖聚四氟乙烯坩埚，容积为 30 mL。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/777101001114006111>