



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3322.2—2015

代替 SN/T 1337.1—2003, SN/T 1337.2—2003

进出口钛精矿化学分析方法 第2部分：五氧化二钒、 三氧化二铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis of titanium concentrates—
Part 2: Determination of vanadium pentoxide and chromium sesquioxide
content—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2015-09-02 发布

2016-04-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

SN/T 3322《进出口钛精矿化学分析方法》分为 2 个部分：

——第 1 部分：主次成分的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；

——第 2 部分：五氧化二钒、三氧化二铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分是 SN/T 3322 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 1337.1—2003《进出口钛精矿化学分析方法 五氧化二钒含量的测定》和 SN/T 1337.2—2003《进出口钛精矿化学分析方法 三氧化二铬含量的测定》，本部分与 SN/T 1337.1—2003、SN/T 1337.2—2003 相比主要变化如下：

——将原标准用分光光度法分别测定的两个成分改用电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定；

——增加了规范性引用文件；

——对原标准的格式按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》进行了修改；

——测量范围比原标准更广。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国海南出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：吴天良、梁毅、庞书南、苏丽、黄海民。

本部分所代替标准的历次版本发布情况：

——SN/T 1337.1—2003；

——SN/T 1337.2—2003。

进出口钛精矿化学分析方法

第2部分：五氧化二钒、三氧化二铬含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钛精矿中三氧化二铬和五氧化二钒含量的方法。

本部分适用于钛精矿中三氧化二铬和五氧化二钒含量的测定，测量范围见表1。

表1 测量范围 %

成分	测量范围
五氧化二钒	0.010~1.00
三氧化二铬	0.010~1.00

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 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

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 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线移液管

JJG 015 电感耦合等离子体原子发射光谱仪检定规程

3 方法提要

试样用无水碳酸钠、硼砂混合熔剂熔融，经硫酸-盐酸混合溶液浸取，定容后用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定待测元素的响应强度，并根据校准曲线确定待测元素的含量。

4 试剂

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682中规定的二级水。

4.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

4.3 无水碳酸钠。

4.4 硼砂。

4.5 高纯二氧化钛:二氧化钛含量大于 99.98%。

4.6 高纯氧化铁:氧化铁含量大于 99.98%。

4.7 硫酸(1+1)。

4.8 盐酸(1+1)。

4.9 铬和钒标准储备液:市售有证标准溶液,其质量浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.10 铬和钒混合标准工作溶液:准确移取铬和钒标准储备液(4.9)各 10 mL 于 200 mL 容量瓶中,加入 40 mL 盐酸(4.8),用水稀释至刻度,混匀。此混合溶液 1 mL 含铬和钒各 50 μg 。

4.11 基体溶液(二氧化钛和氧化铁基体溶液,含 TiO_2 和 Fe_2O_3 各 1.6 mg/mL):准确称取 0.8 g 高纯二氧化钛(4.5)和 0.8 g 高纯氧化铁(4.6)于 50 mL 铂坩埚中,加入 4 g 无水碳酸钠(4.3),充分混匀,再加入 2 g 硼砂(4.4),充分混匀。置于 600 $^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中,升温至 1 000 $^{\circ}\text{C}$,保持 15 min。取出冷却至 40 $^{\circ}\text{C}$ 以下,置于预先加入 20 mL 硫酸(4.7)、300 mL 盐酸(4.8)的 500 mL 烧杯中,加热溶解,用盐酸(4.8)洗出铂坩埚,低温加热至微沸,保持直至澄清,冷却至室温。溶液转移至 500 mL 容量瓶中,用盐酸(4.8)定容至刻度,混匀备用。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。仪器应能提供稳定清澈的等离子体炬,其稳定性应符合 JJG 015 规定。仪器的参考工作条件参见附录 A 中表 A.1,各元素的推荐分析线参见附录 A 中表 A.2。

5.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.3 马弗炉:最高温度为 1 300 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 容量瓶:200 mL、500 mL,符合 GB/T 12806 的规定。

5.5 移液管:50 mL,符合 GB/T 12808 的规定。

5.6 吸量管:10 mL,符合 GB/T 12808 的规定。

5.7 铂坩埚:30 mL、50 mL。

5.8 筛网:孔径为 75 μm 。

6 样品制备

试样按 GB/T 2007.2 制取,经玛瑙研磨机研磨至通过孔径为 75 μm 筛网。于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~100 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.2 g 试样(精确到 0.1 mg)。

称取两份试料进行平行测定,结果取其平均值。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 试样溶解

将试料置于预先盛有 0.4 g 无水碳酸钠(4.3)的 30 mL 铂坩埚中,用铂丝充分混匀,再加入 0.2 g 硼砂(4.4),用铂丝再次混匀,置于 600 ℃ 的马弗炉中,升温至 1 000 ℃,保持 15 min。取出冷却至 40 ℃ 以下,置于预先加入 2 mL 硫酸(4.7)、50 mL 盐酸(4.8)的 250 mL 烧杯中,加热溶解,用水洗出铂坩埚,低温加热至微沸,保持 3 min,冷却至室温。溶液转移至 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4 标准曲线的绘制

7.4.1 标准工作溶液系列

混合标准溶液系列:分别移取 50 mL 基体溶液(4.11)置于 6 个 200 mL 容量瓶中,用吸量管分别移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铬和钒混合标准工作溶液(4.10)于上述 200 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。

工作曲线可根据待测样品含量配制,曲线须涵盖样品的浓度范围。

7.4.2 校准曲线

把标准溶液系列依次雾化后引入电感耦合等离子体炬内,根据标准溶液系列中各被测元素分析线处的净光强和相应的浓度绘制校准曲线。各元素校准曲线的线性相关系数应大于 0.999。

7.5 测定

分别测定样品空白溶液和试料溶液中各被测元素的净光强,根据校准曲线测定各被测元素的浓度,然后计算出试样中相应各元素的含量。

8 计算结果

按式(1)计算试料中各被测元素氧化物的含量(质量分数):

$$w = \frac{(c_x - c_0) \times V \times K}{m} \times 10^{-1} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——试料中各被测元素氧化物的含量,%;

c_x ——试料溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——空白溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

K —— Cr_2O_3 的换算系数为:1.462; V_2O_5 的换算系数为:1.785。

计算结果表示到小数点后两位。若含量小于 0.1%,表示到小数点后三位。

9 精密度

本方法的精密度数据由 9 个实验室对 3 个水平的钛精矿试样,进行协同试验,每个实验室对每个水平的样品独立测定 3 次,试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计,方法的重复性限和再现性限见表 2。

表 2 精密度

成分	测量范围 (质量分数/%)	重复性限 r	再现性限 R
五氧化二钒	0.010~1.00	$r=0.002\ 8+0.023\ 24\ m$	$R=0.000\ 31+0.074\ 82\ m$
三氧化二铬	0.010~1.00	$r=0.001\ 46+0.055\ 05\ m$	$R=0.002\ 32+0.078\ 04\ m$
注： m 为两次测定结果的平均值。			

附 录 A
(资料性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪的参考工作条件

表 A.1 仪器的参考工作条件

功率/kW	1.10
工作气体	氩气(99.996%)
冷却气流量/(L/min)	19
辅助气流量/(L/min)	0.50
雾化器压力/psi	35
垂直积分时间/s	60
蠕动泵转速/(r/min)	110
检测器	CID
注：可根据不同厂家、不同型号的仪器选择合适的分析条件。	

表 A.2 分析谱线的波长

元素	Cr	V
波长/nm	205.552	310.230