



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4758—2017

## 金红石中三氧化二铁、二氧化硅、 二氧化锆含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of ferric oxide, silicon dioxide and  
zirconium oxide content in rutiles—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2017-05-12 发布

2017-12-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国海南出入境检验检疫局、中华人民共和国湖南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吴天良、庞书南、苏丽、杨万彪、庞道标、黄海民。



金红石中三氧化二铁、二氧化硅、  
二氧化锆含量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——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

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定金红石中三氧化二铁、二氧化硅和二氧化锆含量的方法。

本标准适用于金红石中三氧化二铁、二氧化硅和二氧化锆含量的测定,测量范围见表 1。

表 1 测量范围 %

成分	测量范围
三氧化二铁	0.10~2.00
二氧化硅	0.30~3.00
二氧化锆	0.10~2.00

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使用方法

3 方法提要

试样用过氧化钠、氢氧化钠混合熔剂熔融,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( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。
- 4.2 硫酸( $\rho=1.84\text{ g/mL}$ )。
- 4.3 过氧化钠。



- 4.4 氢氧化钠。
- 4.5 高纯二氧化钛：二氧化钛含量大于 99.99%。
- 4.6 硫酸(1+1)。
- 4.7 盐酸(1+1)。
- 4.8 硅标准储备液：市售有证标准溶液，其质量浓度为 500  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.9 铁和锆标准储备液：市售有证标准溶液(不含氢氟酸)，其质量浓度为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.10 硅、铁和锆混合标准工作溶液：准确移取硅标准储备液(4.8)20.00 mL，铁和锆标准储备液(4.9)各 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 盐酸(4.7)，用水稀释至刻度，混匀，置于干净的塑料瓶中保存，此混合溶液 1 mL 含硅、铁和锆各 100  $\mu\text{g}$ 。
- 4.11 基体溶液：称取 0.90 g 高纯二氧化钛(4.5)于 50 mL 铂坩埚中，加入 8.0 g 过氧化钠(4.3)，用铂丝搅拌使二氧化钛和过氧化钠充分混匀，再加入 4.0 g 氢氧化钠(4.4)，再次用铂丝搅匀。置于 300  $^{\circ}\text{C}$  的马弗炉中，放置 5 min，升温至 520  $^{\circ}\text{C}$ ，保持 30 min 使  $\text{TiO}_2$  熔融。取出冷却，置于预先加入 20 mL 硫酸(4.6)、500 mL 盐酸(4.7)的 1 000 mL 烧杯中，加热溶解，用水洗出铂坩埚，低温加热微沸至溶液澄清透亮，取下，加入 300 mL 水防止盐析出，冷却至室温。溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，置于干净的塑料瓶中备用。

注 1：某体溶液中高纯二氧化钛(4.5)的加入量可根据实际样品中二氧化钛的含量来确定，如实际样品二氧化钛含量为 93%，则高纯二氧化钛应称取 0.93 g。

注 2：本标准对熔剂要求较高， $\text{Na}_2\text{O}_2$  熔剂为干燥的黄色粉末，不能结块或发白； $\text{NaOH}$  为干燥的细粒状固体。

注 3：铂坩埚用  $\text{Na}_2\text{O}_2$ - $\text{NaOH}$  熔样，当温度超过 560  $^{\circ}\text{C}$  时腐蚀严重。为确保铂坩埚使用安全，铂坩埚用  $\text{Na}_2\text{O}_2$ - $\text{NaOH}$  做熔剂时，熔样温度不宜超过 560  $^{\circ}\text{C}$ 。

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。仪器的参考工作条件参见表 A.1，各元素的推荐分析线参见表 A.2。
- 5.2 分析天平：感量为 0.1 mg。
- 5.3 马弗炉。
- 5.4 玛瑙研磨机。
- 5.5 铂坩埚：30 mL、50 mL。
- 5.6 筛网：孔径为 75  $\mu\text{m}$ 。

6 样品制备

试样按 GB/T 2007.2 制备，经玛瑙研磨机(5.4)研磨至通过孔径为 75  $\mu\text{m}$  筛网(5.6)。于 105  $^{\circ}\text{C}$  ~ 110  $^{\circ}\text{C}$  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 0.10 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 30 mL 铂坩埚中,加入 0.8 g 过氧化钠,转动坩埚并用铂丝搅拌使试样充分混匀,加入 0.4 g 氢氧化钠,转动坩埚混匀。置于 300 ℃ 的马弗炉中,放置 5 min,升温至 520 ℃,保持 20 min 使试料熔融。取出冷却,置于预先加入 2 mL 硫酸(4.6)、50 mL 盐酸(4.7)及 30 mL 水的 250 mL 烧杯中,加热溶解,用水洗出铂坩埚,低温加热微沸至溶液澄清透亮,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。

试料与 Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 必须充分混匀,否则样品熔解不完全。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 标准工作溶液系列

混合标准溶液系列:分别移取 100 mL 基体溶液(4.11)置于 6 个 200 mL 容量瓶中,用移液管分别移取 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 硅、铁和锆混合标准工作溶液(4.10)于上述 200 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,置于干净的塑料瓶中。

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 工作曲线

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):

$$w = \frac{(c_x - c_0) \times V \times K}{m} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w ——试料中各被测元素氧化物的含量,%;
  - c<sub>x</sub> ——试料溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
  - c<sub>0</sub> ——空白溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/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 ——Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的换算系数为:1.430;SiO<sub>2</sub> 的换算系数为:2.139;ZrO<sub>2</sub> 的换算系数为:1.351。
- 计算结果表示到小数点后两位。

9 精密度

本方法的精密度数据由 9 个实验室对 3 个水平的金红石试样,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 $R$
三氧化二铁	0.10~2.00	$r=0.015\ 68+0.006\ 72m$	$R=0.009\ 52+0.024\ 36m$
二氧化硅	0.30~3.00	$r=0.026\ 04+0.008\ 68m$	$R=0.028\ 56+0.009\ 52m$
二氧化锆	0.10~2.00	$r=0.011\ 2+0.026\ 6m$	$R=0.010\ 64+0.029\ 12m$
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

电感耦合等离子体原子发射光谱仪的参考工作条件见表 A.1 和表 A.2。

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	15
蠕动泵转速/(r/min)	110
检测器	CID
注 1：1 psi=6.895 kPa。	
注 2：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	Si	Fe	Zr
波长/nm	251.611	234.350	339.198
	250.690	238.204	343.823
	212.412	239.563	