



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4374—2015

## 磷矿石和磷精矿中氧化铁、氧化铝和氧化镁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of iron oxide, aluminium oxide and magnesium oxide  
content in phosphate rock and concentrate—Inductively coupled  
plasma optical emission spectrometric method

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 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：中华人民共和国湛江出入境检验检疫局、广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：曲强、林海、刘益锋、徐金龙、郑树坚、黄健、李红权、宋武元。

# 磷矿石和磷精矿中氧化铁、氧化铝和氧化镁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

**警告:**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

本标准规定了磷矿石和磷精矿中氧化铁、氧化铝和氧化镁的含量测定的电感耦合等离子体发射光谱法。

本标准适用于磷矿石和磷精矿中氧化铁、氧化铝和氧化镁含量的测定。测定范围: $\text{Fe}_2\text{O}_3$ :0.1%~8%; $\text{Al}_2\text{O}_3$ :0.1%~4%; $\text{MgO}$ :0.1%~10%。

## 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 1868 磷矿石和磷精矿采样与样品制备方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

JJG 015 感耦等离子体原子发射光谱仪检定规程

## 3 方法提要

试料经王水-高氯酸或氢氟酸-高氯酸溶解,稀释定容后干过滤,标准系列溶液和试料溶液由载气导入等离子体发射光谱仪进行测定,由于谱线的强度代表溶液中元素的含量,试料溶液中元素的含量可由工作曲线计算得出。

## 4 试剂

除非另有说明,分析中仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.1 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。

4.2 硝酸( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )。

4.3 氢氟酸( $\rho=1.148\text{ g/mL}$ )。

4.4 高氯酸( $\rho=1.76\text{ g/mL}$ )。

4.5 盐酸(1+1)(体积比)。

4.6 盐酸(1+20)(体积比)。

4.7 铁标准溶液:按 GB/T 602 方法配制或直接使用国家标准溶液,其质量浓度均为  $1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

4.8 铝标准溶液:按 GB/T 602 方法配制或直接使用国家标准溶液,其质量浓度均为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.9 镁标准溶液:按 GB/T 602 方法配制或直接使用国家标准溶液,其质量浓度均为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.10 磷基体溶液:按 GB/T 602 方法配制或直接使用国家标准溶液,其质量浓度均为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.11 铁、铝、镁混合标准溶液,每个元素的质量浓度均为 100  $\mu\text{g/mL}$ 。

分别移取铁标准溶液(4.7)、铝标准溶液(4.8)、镁标准溶液(4.9)各 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.6)稀释至刻度,摇匀。

4.12 铁、铝、镁混合标准系列溶液:分别移取 0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 铁、铝、镁混合标准溶液(4.11)置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 15.00 mL 磷基体溶液(4.10),用盐酸(4.6)稀释至刻度,摇匀。

## 5 仪器与设备

5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪:仪器的性能指标应符合 JJG 015 的规定。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

## 6 试样制备

按 GB/T 1868 取制样,试样在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  烘箱内烘 2 h 以上,置于干燥器内冷却至室温,备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 7.2 基体空白及验证试验

#### 7.2.1 基体空白

移取 15.00 mL 磷基体溶液(4.10),随同试料做空白试验。用此基体空白溶液作底液绘制工作曲线。

#### 7.2.2 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 试料的溶解

##### 7.3.1.1 方法一 王水-高氯酸溶样法

将试料置于 300 mL 烧杯中,加少量水润湿试料,小心加入 15 mL 盐酸(4.1)、5 mL 硝酸(4.2),盖上表面皿,混匀。在低温电热板上加热至沸,保持微沸 15 min 后,将表面皿移开一部分,加入 2 mL 高氯酸(4.4),再加热冒烟至近干(不应蒸干)。取下烧杯,稍冷,加入 10 mL 盐酸(4.5),用适量水冲洗表面皿和内壁,加热溶解可溶性盐类,取下烧杯,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,待测。

7.3.1.2 方法二 氢氟酸-高氯酸全溶法

将试料置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 8 mL~10 mL 氢氟酸(4.3),1 mL 高氯酸(4.4),低温加热分解冒白烟至近干。用少量水冲洗内壁,加入 2 mL 高氯酸(4.4),再加热冒烟至近干(不应蒸干)。取下烧杯,稍冷,加入 10 mL 盐酸(4.5),用适量水冲洗内壁,加热溶解可溶性盐类,取下烧杯,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,待测。

7.3.2 工作曲线的绘制

7.3.2.1 按仪器操作规程进行开机测定,各元素的分析谱线见表 1,仪器的参考工作条件参见附录 A,工作曲线的线性相关系数应大于 0.999。

表 1 元素的分析谱线

元素	波长/nm
Fe	238.204
Al	396.152
Mg	383.829

7.3.2.2 按浓度由低到高的顺序分别测定混合标准系列溶液中各元素的光谱强度,绘制工作曲线。

7.3.3 测定

分别测定空白溶液和试料溶液中各被测元素的光谱强度,从工作曲线上计算出各被测元素的含量。

8 结果计算

各被测元素的氧化物含量以质量分数表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{(c_x - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times k \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:  
ω——试样中各被测元素的氧化物含量,%;  
c<sub>x</sub>——从工作曲线上查得的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>——从工作曲线上查得的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——各元素换算成氧化物的因数(Fe 换算成 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的因数为 1.429 8;Al 换算成 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的因数为 1.889 5;Mg 换算成 MgO 的因数为 1.658 3)。  
计算结果表示到小数点后 2 位。

9 精密度

两次平行测定的绝对差值与其算术平均值的比值不大于 10%。

SN/T 4374—2015

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器的参考工作条件

仪器的参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 仪器的参考工作条件

项 目	工作参数
功率/kW	1.20
等离子气流量/(L/min)	15.0
辅助气流量/(L/min)	1.50
雾化器气体流量/(L/min)	0.75
一次读数时间/s	3.00
仪器稳定延时/s	15
进样延时/s	20
泵速/(r/min)	15
清洗时间/s	10
读数次数	3
注:可根据不同厂家、不同型号的仪器选择合适的工作条件。	

\_\_\_\_\_