

ICS 13.080

D31

备案号：

DB63

青海省地方标准

DB63/T 1821—2020

铁矿石中磁铁的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of magnet in Iron ore by inductively coupled plasma optical emission
spectrometry

2020 - 08 - 11 发布

2020- 09 - 01 实施

青海省市场监督管理局 发布

目 次

前言 II

引言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 试剂和材料 1

5 仪器和设备 2

6 实验步骤 2

7 试样测定 3

8 结果计算与表示 3

9 精密度 4

10 质量保证和质量控制 4

11 注意事项 4

12 废物处理 4

附录 A（资料性附录） 电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数 5

前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009的规则编写。

本标准由青海省核工业地质局提出。

本标准由青海省自然资源厅归口。

本标准起草单位：青海省核工业检测试验中心。

本标准主要起草人：马振营、段建华、雷占昌、孟宸羽、程鑫、虞洁、费发源、范志平、马福宝、杨春雷、赵凌、铁祥伟、李嘉男、马国山、韩斯琴图、石华。

本标准由青海省自然资源厅监督实施。

引言

本文件的发布机构提请注意，声明符合本文件时，可能涉及到与一种铁矿石中磁铁的测定方法相关专利的使用。

本文件的发布机构对该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构保证，他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下，就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得：

专利持有人姓名：青海省核工业检测试验中心

地址：青海省西宁市城北生物园区经三路38号

请注意除上述专利外，本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

铁矿石中磁铁的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

警示：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

本标准规定了采用电感耦合等离子体发射光谱法测定铁矿石中磁铁含量的方法。

本标准适用于采用电感耦合等离子体发射光谱仪对铁矿石中磁铁含量的测定。

当取样量为0.2000 g时，方法检出限为0.10%，测定范围0.10%~46.10%。

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，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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

DZ/T 0130.2 地质矿产实验室测试质量管理规范 第2部分：岩石矿物分析试样制备

DZ/T 0130.3 地质矿产实验室测试质量管理规范 第3部分：岩石矿物样品化学成分分析

3 原理

样品经反复磁选后，磁性铁经盐酸分解，用电感耦合等离子体发射光谱法测定磁铁的含量。样品由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体，目标元素在等离子体火炬中被气化、电离、并辐射出特征谱线。在一定浓度范围内，其特征谱线强度与元素浓度成正比。

4 试剂和材料

本标准除非另有说明外，在分析中均使用符合国家标准和分析纯试剂和符合GB/T 6682的分析实验室用水。

4.1 铁标准溶液

$\rho(\text{Fe}) = 1.00 \text{ mg/ml}$ 。配制方法：称取1.0000 g光谱纯金属铁，置于250 ml烧杯中，加水20 ml、盐酸(4.2)40 ml，滴加1 ml硝酸(4.3)，在电热板上加热，低温加热使其完全溶解，煮沸5 min，取下，冷却至室温，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀定容。

4.2 盐酸

ρ (HCl) = 1.19 g/ml, 优级纯。

4.3 硝酸

ρ (HNO₃) = 1.42 g/ml, 优级纯。

4.4 50% 盐酸溶液

配制方法：取500 ml盐酸（4.2）用水稀释至1000 ml。

4.5 2% 硝酸溶液

配制方法：取20 ml硝酸（4.3）用水稀释至1000 ml。

4.6 50% 硝酸溶液

配制方法：取500 ml硝酸（4.3）用水稀释至1000 ml。

4.7 磁铁

规格长4 cm, 直径2 cm左右, 800奥斯特。

5 仪器和设备

5.1 分析天平

感量0.0001 g。

5.2 玻璃烧杯

规格250 ml。

5.3 玻璃烧杯

规格400 ml。

5.4 容量瓶

规格250 ml。

5.5 电感耦合等离子体发射光谱仪

电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数详见附录A。

6 实验步骤

6.1 样品制备

按照DZ/T 0130.2的规定进行样品制备。

6.2 样品前处理步骤

称取0.2000 g (±0.0001 g) 样品, 置于烧杯(5.2)中, 加50 ml蒸馏水, 用外面罩以封闭的玻璃杯的磁铁(4.7)在烧杯中来回移动, 取出玻璃杯内的磁铁, 用水将玻璃杯上的磁性矿物全部冲洗于第一个

250 ml烧杯中，继续在装有样品的250 ml烧杯中进行磁选，将磁性矿物再移入第一个250 ml烧杯中，此过程至少重复3次，直至装有样品的烧杯中的磁性矿物全部选净。

将装有已经磁选出磁性铁物质的烧杯置于电热板加热至近干，取下稍冷，加入25 ml盐酸（4.2）低温分解磁性铁直至全部溶解后，移入250 ml容量瓶（5.4）用水稀释至刻度，摇匀待测。

6.3 空白实验

空白实验在样品处理的同时进行，除不加样品外，其他步骤按（6.2）操作。

7 标准曲线的绘制

分别移取铁标准溶液（4.1）0.00 ml、2.50 ml、5.00 ml、10.00 ml、15.00 ml、20.00 ml置于一组100 ml容量瓶中，用水稀释定容至刻度，摇匀。即得0μg/ml、25μg/ml、50μg/ml、100μg/ml、150 μg/ml、200 μg/ml铁标准系列溶液。

按优化的仪器参考条件，将标准系列依次从低浓度到高浓度导入雾化器进行分析。以铁元素的浓度为横坐标，其对应的发射强度值为纵坐标，建立标准曲线，标准曲线的浓度范围可根据实际样品中待测元素的浓度情况进行调整。

8 试样测定

8.1 试样的测定

按照与建立标准曲线（7）相同的条件和步骤进行试样的测定，若试样中铁元素的浓度超出标准曲线范围，样品须经稀释后重新测定。

8.2 空白试样的测定

按照与试样的测定（8.1）相同的条件和步骤测定空白试样。

9 结果计算与表示

9.1 磁铁含量的计算

铁矿石样品中磁铁的含量按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω —— 铁矿石中磁铁的含量，单位为百分比（%）；
- ρ —— 由标准曲线查得测定试样中磁铁的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/ ml）；
- ρ_0 —— 实验室空白试样中磁铁的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/ ml）；
- V —— 样品定容体积，单位为毫升（ml）；
- f —— 试样的稀释倍数；
- m —— 取样量，单位为克（g）。

9.2 结果表示

结果表示测定结果保留小数点后两位。

10 精密度

按照GB/T 6379.2的方法进行计算，方法精密度见表1。

表1 方法精密度

磁铁含量/(%)	重复性限r	再现性限R
0.10%~46.10%	$r=0.0178542+0.00633m^a$	$R=0.03128 + 0.00754m^a$
^a m 是分析结果的平均值		

11 质量保证和质量控制

- 11.1 每批样品至少做 2 个空白试验，其测定结果均应低于方法检出限。
- 11.2 每次分析应建立标准曲线，其相关系数应 ≥ 0.999 。每 20 个样品或每批次（每批次少于 20 个样品）样品，应分析一个标准曲线中间浓度点，其测定结果与实际浓度值相对偏差应 $\leq 10\%$ ，否则应查找原因或重新建立标准曲线。
- 11.3 每批样品至少按 10 %的比例进行平行双样测定，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样，平行双样测定结果的相对标准偏差应 $\leq 20\%$ 。
- 11.4 每批样品至少分析 1 个有证标准物质，测定结果应在给出的不确定度范围内。
- 11.5 其他控制指标按 DZ/T 0130.3 执行。

12 注意事项

- 12.1 严格控制样品粒度和磁铁场强是本标准的关键，对于一般样品，粒度小于 0.075 mm 时，磁铁矿单体解离可达 90 %~95 %以上。
- 12.2 在用水冲洗吸附的磁铁时，切勿直接冲向磁性样品，以免冲力过大，致使磁性部分样品损失。
- 12.3 实验所用的器皿须用 2 %硝酸溶液（4.5）浸泡 24 h，用水冲洗干净，置于干净的环境中晾干。新使用或疑似受污染的容器，应用热的 50 %盐酸溶液（4.4）浸泡（温度高于 80 ℃，低于沸腾温度）2 h，并用热的 50 %硝酸溶液（4.6）浸泡 2 h 以上，用水冲洗干净，置于干净的环境中晾干。

13 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。

附 录 A
(资料性附录)
电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数

电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数见表A. 1

表A. 1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数

元素	检测波长	次检测波长	RF功率	雾化器压力	载气流速	冷却气流速	测定次数
铁	259.940 nm	239.562 nm	1150 W	0.16 Mpa	1.4 L/min	14 L/min	3 次