

ICS 73.080

D 51

中华人民共和国国家质量监督

检验检疫总局备案号：

DB53

云南省地方标准

DB 53/T XXX—2018

磷矿石 磷、镁、铁、铝、硅、钙、锰、硫、
钛、锶的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

2018 – XX – XX 发布

2018 – XX – XX 实施

发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则编写。

本标准由云南磷化集团有限公司提出。

本标准由云南省磷化工标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：云南磷化集团有限公司、国土资源部昆明矿产资源监督检验中心、云南省核工业二〇九地质大队。

本标准主要起草人：冯晓军、姜威、薛菁、赵子云、张江坤、梅连平、史鑫、张慧、黄晓林、刘俊、刘富华、杜白、李静、李红叶、梁祖顺。

磷矿石 磷、镁、铁、铝、硅、钙、锰、硫、钛、锶的测定

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，本标准并未提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

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定磷矿石中磷、镁、铁、铝、硅、钙、锰、硫、钛、锶含量的方法。

本标准适用于磷矿石中磷、镁、铁、铝、硅、钙、锰、硫、钛、锶含量的测定。各成分的测定范围以氧化物表示，见表1。

表1 成分的测定范围

成分	测定范围/%
P ₂ O ₅	2.00~37.00
MgO	0.20~16.00
Fe ₂ O ₃	0.50~5.00
Al ₂ O ₃	0.50~7.00
SiO ₂	3.00~40.00
CaO	19.00~52.00
MnO	0.010~1.00
SO ₃	0.040~2.50
TiO ₂	0.030~1.50
SrO	0.0070~0.25

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 1868 磷矿石和磷精矿采样与样品制备方法
- GB/T 1880 磷矿石和磷精矿中三氧化硫含量的测定 重量法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

3 原理

磷矿试样采用偏硼酸锂做熔剂，以溴化锂做脱模剂，在 1050 °C 熔融，酸化溶解并稀释后，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，采用钪为内标，外标法进行样品定量分析。

4 试剂和材料

除非另有说明，实验室用水为GB/T 6682规定的二级水；所用化学试剂均为优级纯。

- 4.1 盐酸： $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。
- 4.2 盐酸溶液：1+9。
- 4.3 偏硼酸锂。
- 4.4 溴化锂溶液：400 g/L。
- 4.5 钪内标溶液：1000 mg/L。
- 4.6 氩气（纯度 $\geq 99.99\%$ ）。
- 4.7 磷矿标准物质：GBW07210、GBW07211、GBW07212。

5 仪器设备

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，配有耐高盐雾化器，符合 GB/T 23942 规定。
- 5.2 分析天平，感量为 0.1 mg。
- 5.3 黄铂金坩埚(95%Pt+5%Au)：规格 30 mL~40 mL。
- 5.4 熔样炉：温度可控并能加热到 1100 °C 的马弗炉或高频熔样机。
- 5.5 磁力搅拌器。
- 5.6 聚四氟乙烯烧杯（容积，400 mL）。
- 5.7 聚甲基戊烷塑料容量瓶（容积，250 mL）。

6 样品

磷矿试样按GB/T 1868规定的取样和制备后，于105 °C~110 °C干燥2 h以上至恒重，置于干燥器中冷却至室温。

7 试验步骤

7.1 试料

称取0.1 g磷矿试样，精确至0.1 mg。

7.2 试料溶液的制备

7.2.1 将试料（7.1）置于黄铂金坩埚（5.3）中，加入 1.20 g 偏硼酸锂（4.3），混匀，加入 0.5 mL 溴化锂溶液（4.4），置于熔样炉（5.4）中，升温至 700 °C，预氧化 2 min，使还原物充分氧化，然后升温至 1050 °C，熔融 2 min，用坩埚钳取出黄铂金坩埚（5.3），立即将赤热的熔珠直接倒入盛有 100 mL 盐酸溶液（4.2）的聚四氟乙烯烧杯（5.6）中，在磁力搅拌器（5.5）上搅拌溶解完全。

7.2.2 溶液冷却后，移入聚甲基戊烷塑料容量瓶（5.7）中，加入 1.00 mL 钪内标溶液（4.5），用水稀释至刻度，定容、摇匀，此为试料溶液。

7.3 空白试验溶液的制备

随同试料同时制备空白试验溶液。

7.4 试验

7.4.1 仪器工作参数的选择

将电感耦合等离子体原子发射光谱仪（5.1）预热，选定工作参数和各待测元素的谱线参见附录A。

7.4.2 标准工作曲线的绘制

7.4.2.1 标准工作溶液的配制

选用磷矿标准物质按（7.2）制备标准工作溶液系列，标准溶液浓度参见附录B，同时做空白溶液。制作标准曲线时，标准溶液系列不少于5个，有一定的梯度并覆盖待测样品的含量范围。如不能满足分析范围需要，可以使用合成标准物质或管控样品。

7.4.2.2 绘制标准工作曲线

使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，参照附录A推荐的仪器工作条件，依次测定标准工作溶液（7.4.2.1）各元素的谱线强度，利用分析元素谱线强度为纵坐标，标准溶液浓度为横坐标，绘制标准工作曲线，相关系数不小于0.999。

7.4.3 测定

在与绘制标准工作曲线相同条件下，测定试料溶液及空白试验溶液中各被测成分的谱线强度，从工作曲线上计算出相应成分的浓度。

8 试验数据处理

五氧化二磷、氧化镁、三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化硅、氧化钙、氧化锰、三氧化硫、二氧化钛、氧化锆的质量分数（ ω ）分别按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ω ——试样中的五氧化二磷、氧化镁、三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化硅、氧化钙、氧化锰、三氧化硫、二氧化钛、氧化锆的含量，单位为质量分数（%）；

ρ_1 ——试样溶液中五氧化二磷、氧化镁、三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化硅、氧化钙、氧化锰、三氧化硫、二氧化钛、氧化锆的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——空白溶液中五氧化二磷、氧化镁、三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化硅、氧化钙、氧化锰、三氧化硫、二氧化钛、氧化锆的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——磷矿试样质量，单位为克（g）；

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

9 精密度

同一试样两次平行测定结果的差值不大于表2的允许差。

表2 允许差

成分	含量/%	允许差/%
P ₂ O ₅	<20.00	0.20
	20.00~30.00	0.30
	>30.00	0.40
MgO	<1.00	0.10
	1.00~5.00	0.18
	>5.00	0.30
Fe ₂ O ₃	<1.00	0.060
	1.00~5.00	0.12
	>5.00	0.30
Al ₂ O ₃	<1.00	0.15
	1.00~4.00	0.20
	>4.00	0.25
SiO ₂	<5.00	0.20
	5.00~10.00	0.25
	>10.00~30.00	0.45
	>30.00	0.50
CaO	<20.00	0.35
	20.00~30.00	0.45
	>30.00	0.50
MnO	0.010~0.10	0.0050
	>0.10~1.00	0.040
	>1.00	0.10
SO ₃	0.10~0.50	0.040
	>0.50~1.00	0.080
	>1.00~5.00	0.15
	>5.00	0.20
TiO ₂	<0.050	0.0050
	0.050~0.10	0.010
	>0.10~1.00	0.030
	>1.00	0.080
SrO	<0.050	0.0050
	0.050~0.50	0.020
	>0.50	0.080

10 试验报告

试验报告应包括下列信息：

- 实验室的名称和地址；
- 试样的名称及标识；
- 使用的标准编号；
- 分析结果；
- 在试验中观察到的异常现象；
- 试样本身、仪器等必要的详细说明；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作参数

A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作参数

电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作参数参见表A.1。

表A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作参数

名称	参数
雾化器气流量(L/min)	0.75
辅助气流量(L/min)	0.5
冷却气流量(L/min)	12
功率(W)	1150
观测高度(mm)	12.0
长波积分时间(S)	5
短波积分时间(S)	7
泵速(r/min)	50

A.2 测定元素选择的谱线

测定元素选择的谱线参见表A.2。

表A.2 元素谱线的选择

测定元素	谱线波长(nm)
磷	213.618
镁	285.213
铁	259.940
铝	396.152
硅	251.612
钙	317.933
锰	257.610
硫	182.034
钛	334.941
锶	407.771

附 录 B
(资料性附录)
标准溶液浓度

B.1 采用磷矿标准物质配制成的标准溶液浓度

采用磷矿标准物质配制成的标准溶液浓度参见表B.1。

表B.1 标准溶液浓度

编号	标准物质质量 (g)	定容体积 (mL)	化学成分, μg/mL									
			P ₂ O ₅	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	MnO	SO ₃	TiO ₂	SrO
GBW07210	0.1	250	147.56	1.72	4.16	2.32	13.04	205.28	0.096	1.40 ^a	0.15	0.31
GBW07211	0.1	250	83.44	32.76	4.32	10.32	14.44	162.84	0.060	7.89	0.56	0.64
GBW07212	0.1	250	24.24	28.48	12.32	16.24	155.20	77.68	0.10	0.42 ^a	1.92	0.22
GBW07211 +GBW07212 质量比 (1:1)	0.1	250	53.84	30.62	8.32	13.28	84.82	120.26	0.080	4.16	1.24	0.43
GBW07210 +GBW07212 质量比 (1:1)	0.1	250	85.90	15.10	8.24	9.28	84.12	141.28	0.098	0.91	1.04	0.26
^a 采用 GB/T 1880 规定方法测定的 SO ₃ 数值, 其结果仅供参考。												