

# 团 体 标 准

T/HNNMIA XX—2020

---

## 重晶石 锶量的测定 火焰原子吸收光谱法

Barite-Determination of strontium content-Flame atomic absorption spectrometric  
method

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

---

河南省有色金属行业协会 发布



## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由河南省地质矿产勘查开发局提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：河南省地质矿产勘查开发局第一地质矿产调查院、河南省岩石矿物测试中心、中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所、河南省有色金属地质勘查总院、洛阳理工学院环境工程与化学学院。

本文件主要起草人：李永新、刘向磊、刘宗超、刘运华、王小强、孙文军、闫宇、文田耀、赵珂、周瑶、尚保忠、刘宗彦。

本文件为首次发布。



# 重晶石 锶量的测定 火焰原子吸收光谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了原子吸收光谱法测定重晶石中锶量的方法。

本文件适用于重晶石中锶量的测定。

测定范围（质量分数）：0.005%～0.50%。

检出限（质量分数）：0.0014%。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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吸量管

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

GB/T 20001.4 标准编写规则 第4部分 试验方法标准

DZ/T 0130.2 地质矿产实验室测试质量管理规范 第2部份：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部份：岩石矿物样品化学成分分析

## 3 方法原理

试料用碳酸钠、氢氧化钠熔融分解，以碳酸钠溶液提取，滤出碳酸锶沉淀。沉淀溶解于盐酸中，然后制成一定浓度的稀硝酸溶液。以镧为释放剂以消除干扰元素的影响，使用空气-乙炔焰，在火焰原子吸收光谱仪上，于波长 460.7 nm 处，测量锶的吸光度，计算锶量。

## 4 试剂

本文件除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，所用水符合 GB/T 6682 分析实验室用三级水要求。

### 4.1 碳酸锶，光谱纯。

4.2 无水碳酸钠。

4.3 氢氧化钠。

4.4 碳酸钠溶液 (50 g/L) 称取 5 g 碳酸钠溶解于约 50 mL 水中, 加水至 100 mL, 摇匀。

4.5 盐酸 ( $\rho$  1.19 g/mL)。

4.6 盐酸 (1+4) 1 体积的盐酸 (4.5) 和 4 体积的水混合。

4.7 硝酸 ( $\rho$  1.42 g/mL)。

4.8 硝酸镧溶液 (3.12 g/L) 称取 3.12 g 硝酸镧  $[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  溶解于约 50 mL 水中, 加水至 1000 mL, 摇匀。

4.9 EDTA (乙二胺四乙酸二钠) 溶液 (100 g/L) 称取 10.0 g EDTA (乙二胺四乙酸二钠) 溶解于约 50 mL 水中, 加水至 100 mL, 摇匀。

4.10 锶标准溶液。

4.10.1 锶标准储备溶液 (1 mg/mL) 准确称取 0.8424 g 预先经 110 °C 烘 2 h 并在干燥器中冷却的光谱纯碳酸锶 (4.1) 于 400 mL 烧杯中, 加水 100 mL, 盖上表面皿, 缓慢加入少量盐酸 (4.5) 使其溶解, 溶解完全后, 煮沸除去二氧化碳, 冷却后移入 500 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 盐酸 (4.5), 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.10.2 锶标准工作溶液 (100  $\mu$  g/mL) 准确分取 25 mL 锶标准溶液 (4.10.1) 于 250 mL 容量瓶中, 加入 2.5 mL 盐酸 (4.5), 用水稀释至刻度, 摇匀。

## 5 仪器

5.1 火焰原子吸收光谱仪 0.001 A~0.999 A, 附锶空心阴极灯。

5.2 分析天平 I 级, 精度 0.1 mg。

5.3 马弗炉 0 °C~900 °C。

5.4 银坩埚, 30 mL。

## 6 试样

6.1 按照 DZ/T 0130.2 中分析试样的制备规定制取实验室试样。试样粒度小于 0.097 mm, 试样的烘样温度为 100 °C~105 °C。

6.2 试样制备完成后, 装入牛皮纸袋或塑料瓶中备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

对同一试样, 至少独立测定 2 次。

## 7.2 称取试料量

根据镉量范围按表1称取试料试料（6.2），精确至0.1 mg。

表1 镉量及称取试料量

含量范围/%	试料量/g
<0.10	0.5
0.10~0.25	0.2
0.25~0.50	0.1

## 7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

## 7.4 验证试验

随同试料分析与被测样品性质相同或相近的标准物质。

## 7.5 测定

### 7.5.1 试料分解

将试料（7.2）置于银坩埚（5.4）中，加入2g无水碳酸钠（4.2）搅匀，再4g氢氧化钠（4.3），加盖，放入马弗炉（5.3）中，逐渐升温至700℃~750℃熔融30 min，取出稍冷。

### 7.5.2 碳酸镉沉淀的分离

将银坩埚置于预先盛有50 mL碳酸钠溶液（4.4）的250 mL烧杯中，加热提取，并搅拌使熔块粉碎。用水洗出银坩埚和盖，溶液煮沸3 min~5 min，冷却后用脱脂棉过滤。用碳酸钠溶液（4.4）洗涤烧杯和沉淀各4次~5次，水洗1次，弃去滤液。用盐酸（4.5）将沉淀溶解于原烧杯中，用水洗涤棉花5次~8次。

### 7.5.3 试料溶液的制备

将溶液（7.5.2）加热蒸干，加2 mL硝酸（4.7），用水稀释至约20 mL，温热溶解盐类，加入10 mL硝酸镧溶液（4.8）和2 mL EDTA溶液（4.9），移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液与标准溶液系列同时测量。

注：EDTA在酸性溶液中，放置2 d~3 d后，可能有结晶析出，并不影响测定。

### 7.5.4 标准溶液系列的配制

准确分取0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL镉标准溶液（4.10.2）于一系列50 mL容量瓶中，加入1 mL硝酸（4.7）、5 mL硝酸镧溶液（4.8）和1 mL EDTA溶液（4.9），用水稀释至刻度，摇匀。

## 7.6 吸光度测量

**警告**——应按照火焰原子吸收光谱仪使用规程点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器，以避免可能的爆炸危险。

参照附录A中工作条件，调整火焰原子吸收光谱仪（5.1）至最佳状态，以富燃的空气-乙炔火焰，用水调零，按浓度由低至高的顺序，依次喷测铈标准溶液系列、空白溶液和待测试料溶液（包括标准物质溶液）的吸光度。从校准曲线上分别查得相应的铈量。

## 7.7 校准曲线绘制

以铈标准溶液系列的质量浓度为横坐标，以对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

## 8 结果

### 8.1 结果的计算

计算结果以质量分数 $\omega$  (Sr)计，数值以%表示，按式（1）计算铈量：

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

式中：

$\rho$  ——从校准曲线上查得的试料溶液中铈的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

$\rho_0$  ——从校准曲线上查得的试料空白溶液中铈的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

$V$  ——试料溶液体积，单位为毫升（mL）；

$m$  ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示为：0.00×、0.0××、0.××。

### 8.2 结果的处理

#### 8.2.1 重复性和再现性

本文件的精密度数据由8个实验室的操作人员对5个水平的重晶石样品进行共同试验，每个实验室对每个水平的样品独立测定4次，试验数据按GB/T 6379.2进行统计，方法的重复性和再现性见表2。

在重复条件下，获得的两次独立结果差值的绝对值不大于重复性限 $r$ ，出现大于重复性限 $r$ 的概率不大于5%。

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果差值的绝对值不大于再现性限 $R$ ，出现大于再现性限 $R$ 的概率不大于5%。

表2 精密度

成分	精密度试验水平 $m$ (%)	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Sr	0.054~0.39	$r = 0.0011 + 0.0345m$	$R = 0.0026 + 0.0636m$

#### 8.2.2 结果的确定

按照附录B中步骤，根据式（1）计算独立重复测量结果，与重复性限 $r$ 进行比较，来确定分析结果，准确度控制按DZ/T 0130.3规定执行。

#### 8.2.3 实验室间精密度

实验室间精密度用以评价两个实验室报出的最终检测结果之间的一致性。两个实验室按照 8.2.2



中规定的相同步骤报出测试结果后，按照式（2）计算：

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\mu_{12}$ ——最终测试结果的平均值；

$\mu_1$ ——实验室1报出的最终测试结果；

$\mu_2$ ——实验室2报出的最终测试结果。

如果  $|\mu_1 - \mu_2| \leq R$  (见8.2.1)，最终测试结果是一致的。

#### 8.2.4 最终测试结果的计算

试样的最终结果是可接受分析值的算术平均值，或者是附录 B 中的规定进行操作测得的值。

### 9 质量保证和控制

#### 9.1 控制方法

每批试料分析时，应同时采用空白试验、重复样分析、标准物质验证等方法进行质量保证和控制。

#### 9.2 控制样品的数量

每批试料分析时，按试样总数随机抽取5%的试样进行重复性密码分析，每批次分析试样数不超过5个时，重复分析数为100%。

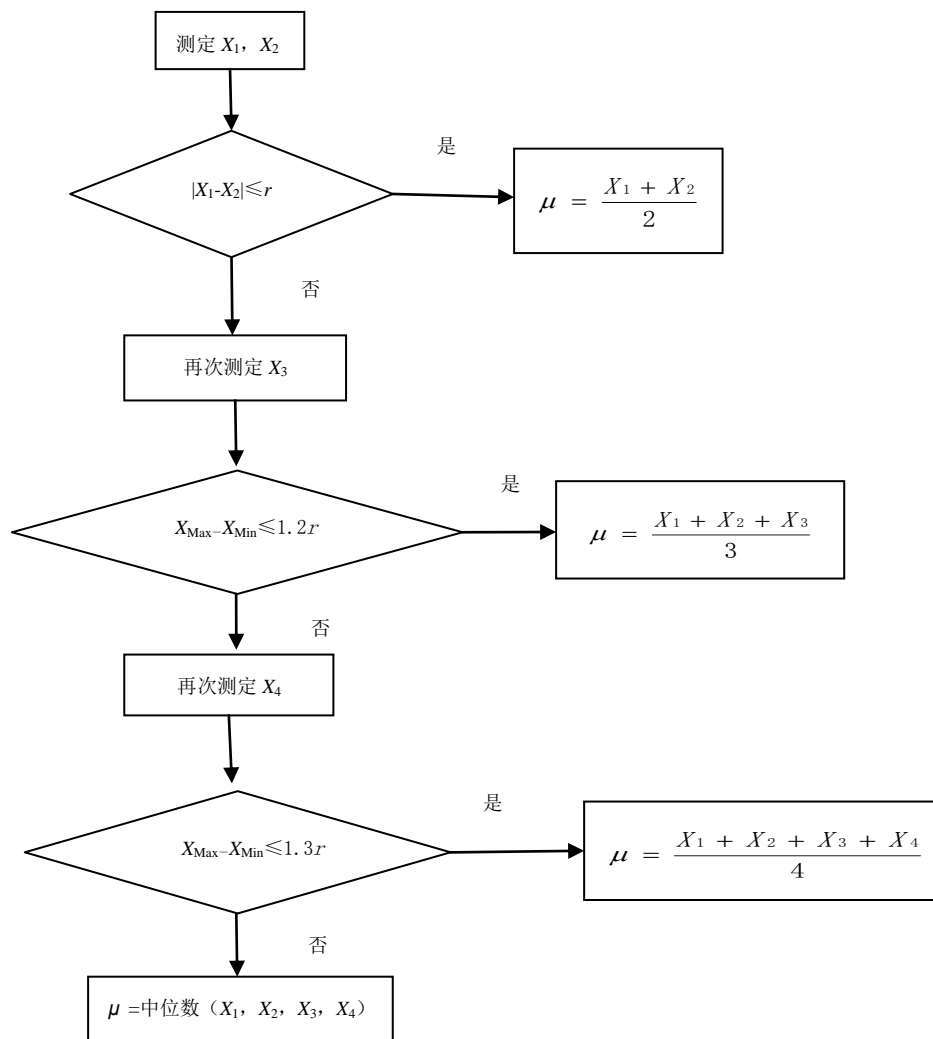
附录 A  
(规范性附录)

表A.1 火焰原子吸收光谱仪测定锶的参考工作条件

元素	Sr
波长/nm	460.7
灯电流/mA	5
光谱通带/nm	0.2
空气流量/(L·min <sup>-1</sup> )	6.0
乙炔流量/(L·min <sup>-1</sup> )	1.0
火焰状态	富燃焰
燃烧头高度/(mm)	6.5
积分时间/s	5
操作方法	浓度直读

附 录 B  
(规范性附录)  
试样分析值接受程序流程图

试样分析值接受程序流程见图B.1。  
从独立的重复结果开始



图B.1 试样分析值接受程序流程图