

团 体 标 准

T/HNNMIA XX—2020

重晶石 铁量的测定 磺基水杨酸光度法

Barite-Determination of iron content-Sulfosalicylic acid spectrophotometric 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：文田耀、孙文军、倪文山、周瑶、张豪、李永新、王凯凯、刘向磊、付小波、闫晓、刘宗超、尚保忠。

重晶石 铁量的测定 磺基水杨酸光度法

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

本文件规定了磺基水杨酸光度法测定重晶石中铁量的方法。

本文件适用于重晶石中铁量的测定。

测定范围（质量分数）：0.010%~2.00%。

检出限（质量分数）：0.0030%。

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，以热水浸取，加入硫酸钠（钾）溶液，制成一定浓度的稀盐酸溶液。在 pH = 8~11 的氨性溶液中，铁（III）与磺基水杨酸生成稳定的黄色配合物，在分光光度计上，于波长425 nm处测量吸光度，计算铁量。

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 无水碳酸钠。

4.2 氢氧化钠。

4.3 三氧化二铁，光谱纯。

4.4 盐酸 (ρ 1.19 g/mL)。

4.5 盐酸 (1+1) 等体积盐酸 (4.4) 和水混合。

4.6 氨水 (ρ 0.909 g/mL)。

4.7 氨水 (1+1) 等体积氨水 (4.6) 和水混合。

4.8 硫酸钠 (钾) 溶液 (100 g/L) 称取 10 g 硫酸钠 (钾) 溶解于约 50 mL 水中，加水至 100 mL，摇匀。

4.9 磺基水杨酸溶液 (200 g/L) 称取 20 g 磺基水杨酸溶解于约 50 mL 水中，加水至 100 mL，摇匀。

4.10 铁标准溶液。

4.10.1 铁标准储备溶液 (1.0 mg/mL) 准确称取 1.4298 g 三氧化二铁 (4.3)，置于 250 mL 烧杯中，加 10 mL 盐酸 (4.4)，低温加热溶解后，冷却至室温。移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.10.2 铁标准工作溶液 (100 μ g/mL) 分取 10 mL 铁标准溶液 (4.10.1)，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 盐酸 (4.5)，用水稀释至刻度，摇匀。

5 仪器

5.1 分光光度计 325 nm~1100 nm。

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

根据铁量范围按表1称取试料（6.2），精确至0.1 mg。

表1 铁量及称取试料量

含量范围/%	试料量/g
<0.050	0.5
0.050~0.50	0.5
0.50~1.00	0.3
1.00~2.00	0.2

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），加2 g无水碳酸钠（4.1），搅匀，再加4 g氢氧化钠（4.2），加盖，置于马弗炉中（5.3），从低温升至700℃~750℃保持30 min，取出冷却。将银坩埚置于250 mL烧杯中，加入40 mL热水浸取，盖上表面皿。待熔块脱落后，先用水洗涤坩埚和盖，继续用约5 mL盐酸（4.5）洗净。搅拌使熔融物分散后，在摇动下将浸取液连同沉淀移入已有30 mL盐酸（4.5）的100 mL容量瓶中，加入10 mL硫酸钠（钾）溶液（4.8），摇匀，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀，放置澄清。

7.5.2 测定溶液制备

分取25 mL（7.5.1）溶液，置于100 mL容量瓶中，加水至50 mL，以下按（7.5.4）分析步骤进行。

7.5.3 标准溶液系列的配制

准确分取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL铁标准溶液（4.10.2），置于一系列100 mL容量瓶中，加水至约50 mL，以下按（7.5.4）分析步骤进行。

7.5.4 显色与测量

在7.5.2和7.5.3的100 mL容量瓶中，分别加入10 mL磺基水杨酸溶液（4.9），摇匀，用氨水（4.7）中和至黄色并过量4 mL，冷却，用水稀释至刻度，摇匀。在分光光度计上（5.1），选用1 cm玻璃比色皿，以试剂空白为参比，于波长425 nm处测量其吸光度，同时测量空白试验和验证试验溶液的吸光度。

7.6 校准曲线绘制

以标准系列铁量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的铁量。

8 结果

8.1 结果的计算

计算结果以质量分数 ω (Fe)计,以%表示,按式(1)计算Fe量。

$$\omega(\text{Fe}) = \frac{(m_1 - m_0) V \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的铁量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的铁量,单位为微克(μg);

V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示为: $0.0 \times \times$ 、 $0. \times \times$ 、 $\times. \times \times$ 。

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
Fe	0.042~0.66	$r = 0.0007 + 0.0412m$	$R = -0.0004 + 0.0730m$

8.2.2 结果的确定

按照附录A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:

μ_{12} ——最终测试结果的平均值;

μ_1 ——实验室1报出的最终测试结果;

μ_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A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

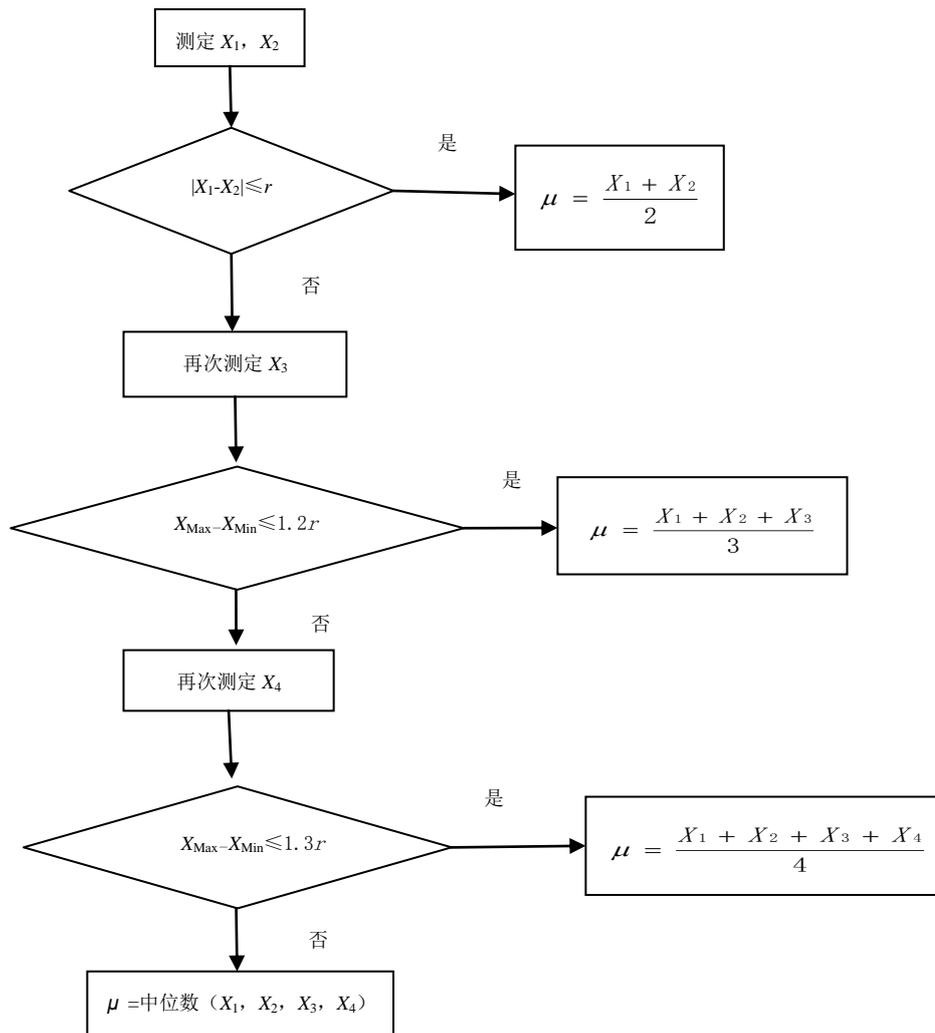
每批试料分析时，应同时采用空白试验、重复样分析、标准物质验证等方法进行质量保证和控制。

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)
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A. 1。
从独立的重复结果开始



图A. 1 试样分析值接受程序流程图