

T/NMRJ

内蒙古认证和检验检测协会团体标准

T/NMRJ 029—2025

铁矿石中氟化钙含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of Calcium Fluoride Content in Iron Ore by Inductively Coupled
Plasma Emission Spectroscopy

(征求意见稿)

2025 - XX - XX 发布

2025 - XX - XX 实施

内蒙古认证和检验检测协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂和材料	1
4.1 一般规定	1
4.2 钙标准溶液	1
4.3 10% 乙酸溶液	1
4.4 80 g/LAlCl ₃ 溶液	1
5 仪器和设备	2
5.1 分析天平	2
5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪	2
6 样品	2
6.1 样品制备	2
6.2 样品前处理	2
6.3 样品空白	2
7 分析步骤	2
7.1 仪器参数	2
7.2 标准曲线的绘制	2
7.3 试样的测定	3
7.4 空白试样的测定	3
8 结果计算与表示	3
8.1 氟化钙含量的计算	3
8.2 结果表示	3
9 精密度	3
10 试验报告	3

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由包钢勘察测绘研究院提出。

本文件由内蒙古自治区检验检测标准化技术委员会（SAM/TC 61）归口。

本文件起草单位：包钢勘察测绘研究院、巴彦淖尔市地质调查研究中心、包钢（集团）公司白云鄂博铁矿、包头稀土研究院、内蒙古自治区检验检测标准化技术委员会。

本文件主要起草人：郑凤凤、何红芳、张海峰、郝艳慧、张强、邸兴盛、王芳、郭希静、常诚、任旭东。

铁矿石中氟化钙含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本文件规定了采用电感耦合等离子体发射光谱法测定铁矿石中氟化钙含量的方法。

本文件适用于铁矿石中氟化钙含量的测定，测定范围 0.10%~47.00%，方法检出限为 0.10%。超出测量范围的样品也可测定，单未给出精密度数据。

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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 方法原理

样品先经稀乙酸浸取，过滤后的残渣再用 AlCl_3 溶液提取，然后用电感耦合等离子体发射光谱法测定提取液中的钙含量。样品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

4.1 一般规定

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

4.2 钙标准溶液

$\rho(\text{Ca})=1000 \text{ mg/L}$ 。

4.3 10% 乙酸溶液

$\rho(\text{HAc})=1.05 \text{ g/ml}$ 。

配置方法：取 100 ml 乙酸用水稀释至 1000 ml。

4.4 80 g/L AlCl_3 溶液

配置方法：称取 80 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，用水稀释至 1 L。

5 仪器和设备

5.1 分析天平

感量 0.0001 g。

5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪

6 样品

6.1 样品制备

按照 DZ/T 0130.2 的规定进行样品制备。严格控制样品粒度，对于一般样品，粒度小于 0.075 mm。

6.2 样品前处理

称取 0.2500 g (± 0.0002 g) 样品，置于烧杯 (5.2) 中，加 10 ml (4.3) 乙酸溶液，将烧杯置于水浴锅中加热 30 min，取下稍冷，以慢速滤纸过滤，用蒸馏水冲烧杯 2~3 次，在用水洗涤沉淀 3 次，将滤纸置于原烧杯中，加入 20 ml (4.4) AlCl_3 溶液，将烧杯置于水浴锅 (90 °C) 中加热 60 min，取下稍冷，移入 250 ml 容量瓶 (5.3) 用水稀释至刻度，摇匀待测。

6.3 样品空白

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 分析步骤

7.1 仪器参数

电感耦合等离子发射光谱仪工作参数见表 1。

表 1 电感耦合等离子发射光谱仪工作参数

元素	检测波长	RF 功率	雾化器压力	载气流量	冷却器流量	测定次数
钙	317.90 nm	1.7 KW	0.16 Mpa	0.7 L/min	15 L/min	3

7.2 标准曲线的绘制

分别移取钙标准溶液 (4.2) 0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、5.00 ml、10.00 ml、25.00 ml 置于一组 100 ml 容量瓶中，用水稀释定容至刻度，摇匀。即得 0 ug/ml、10 ug/ml、20 ug/ml、50 ug/ml、100 ug/ml、250 ug/ml 钙标准系列溶液。

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。以钙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。

7.3 试样的测定

按照与建立标准曲线（7.2）相同的条件和步骤进行试样的测定，若试样中钙元素的浓度超出标准曲线范围，样品须经稀释后重新测定。

7.4 空白试样的测定

按照与试样的测定（7.3）相同的条件和步骤测定空白试样。

8 结果计算与表示

8.1 氟化钙含量的计算

铁矿石样品中氟化钙的含量按式(1)计算：

$$\omega_{(Ca)} = (\rho - \rho_0) \times V \times f / m \times 10^{-4} \quad \omega_{(CaF_2)} = 2.05 \times \omega_{(Ca)} \quad (1)$$

式中：

$\omega_{(CaF_2)}$ ——铁矿石中氟化钙的含量，单位为百分比（%）；

$\omega_{(Ca)}$ ——铁矿石中氟化钙中钙的含量，单位为百分比（%）；

ρ ——由标准曲线查得测定试样中氟化钙中钙的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{ml}$)；

ρ_0 ——实验室空白试样中氟化钙中钙的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{ml}$)；

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)。

8.2 结果表示

测定结果保留小数点后两位。

9 精密度

按照GB/T 6379.2的方法进行计算，方法精密度见表2。

表 2 方法精密度

被测元素	质量分数 %	重复性限 r %	再现性限 R %
CaF ₂	4.90	0.189	0.189
	12.97	0.740	0.740
	24.48	0.818	0.818
	33.15	0.917	0.917
	46.95	0.992	0.992

注：重复性限 (r) 为 $2.8 \times S_r$ ， S_r 为重复性标准差；再现性限 (R) 为 $2.8 \times S_R$ ， S_R 为再现性标准差；精密度为本实验室对5组样品分别进行4次平行测试的结果。

10 试验报告

试验报告包括下列内容：

- 本文件编号及名称；
 - 分析结果及表示；
 - 试验日期；
 - 试验过程中出现的异常现象；
 - 主检、审核、批准等人员签名。
-