

ICS (77.120.99)

CCS (H 14)

**YS**

# 中华人民共和国有色金属标准

YS/T xxx—201X

---

## 锆英砂化学分析方法 钡含量的测定 电感 耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis of zirconium sand- Determination of barium content -Inductively coupled plasma  
atomic emission spectrometry

(讨论稿)

201X-XX-XX

201X-XX-XX

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出和归口。

本标准起草单位：国家钨与稀土产品质量监督检验中心、江西省晶安高科技股份有限公司、江西金源有色地质测试有限公司。

本标准主要起草人：

本标准为首次制定

# 锆英砂化学分析方法 钡含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

## 1 范围

本部分规定了锆英砂中钡含量的测定方法。

本部分适用于锆英砂中钡含量的测定。测定范围:0.0030%~0.30%。

## 2 方法原理

试料用过氧化钠和无水碳酸钠熔融、水浸取、过滤,滤渣用硝酸、高氯酸溶解。在稀硝酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

## 3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 硝酸。

3.4 高氯酸。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 碳酸钠溶液(20g/L)。

3.8 氯化钡溶液(250g/L)。

3.9 无水乙醇。

3.10 钡标准溶液:称取 1.4371g 经 110℃烘 1h 并在干燥器中冷却至室温的基准碳酸钡,置于 100ml 烧杯中,加 20ml 水,滴加盐酸(2.2.6)至完全溶解,低温加热煮沸驱除二氧化碳,冷却至室温.移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1ml 含 1mg 钡。

3.11 对硝基酚指示剂(1g/L)。

3.12 氩气[ $\varphi(\text{Ar}) \geq 99.99\%$ ]。

## 4 仪器

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪,分辨率小于 0.006nm (200nm 处)。

4.2 光源:氩等离子体光源。

## 5 试样

5.1 将实验室样品破碎至 6.7mm 以下,按四分法缩分至约 100g,当合同另有取样约定或由于产品形式的限制,无法取得 $\geq 100\text{g}$ 的实验室样品时,可以例外。

5.2 将缩分后的样品粉碎至 0.5mm 以下,继续缩分,并加工成粒度小于 0.090mm 的试样。

5.3 试样分析前应在 105℃~110℃烘 2h,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.50g 试样(5),精确至 0.0001g。

### 6.2 测定次数

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 6.4 分析试液的制备

6.4.1 将试料(6.1)置于预先盛有 2g 过氧化钠(3.2)的 30ml 银坩埚中，覆盖 2g 无水碳酸钠 (3.1)。置于 800℃ 高温炉中熔融至流体状，摇匀。继续熔融 15min 取出，冷却。

6.4.2 将坩埚 (6.4.1) 置于 250ml 烧杯中，加 100ml 水，低温加热溶解，微沸数分钟，待熔块完全浸取后，用水洗出坩埚，再次煮沸后取下，冷却至室温。用定量滤纸过滤，用碳酸钠溶液 (3.7) 洗沉淀和滤纸 4 次~5 次，水洗至无硫酸根为止 (检验方法：取 10ml 滤液置于 25ml 比色管中，加一滴对硝基酚指示剂用盐酸调至黄色刚消失，并过量 1 滴，加 2ml 无水乙醇，混匀。加 3ml 氯化钡溶液，混匀。10min 后溶液应透明无浑浊)。弃去滤液

6.4.3 将沉淀连同滤纸置于 100ml 烧杯中，加 10ml 硝酸，2ml 高氯酸。盖上表面皿，加热至冒高氯酸浓烟，直至近干，稍冷，加 2ml 硝酸，加少量水，加热溶解至清，冷却至室温，移入 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

#### 6.5 系列标准溶液的配制

移取 0ml、0.1ml、0.5ml、1.0ml、2.0ml、4.0ml 钡标准溶液 (3.10) 于一组 100ml 容量瓶中，加 4ml 硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此系列标准溶液质量浓度为 0μg/mL、1.0μg/mL、5.0μg/mL、10.0μg/mL、20.0μg/mL、40.0μg/mL。

### 7 测定

7.1 推荐分析线为 Ba 233.5nm, Ba 230.424nm。

7.2 将分析试液 (6.4.3) 与系列标准溶液 (6.5) 同时进行氩等离子光谱测定。

### 8 分析结果的计算与表述

按式 (1) 计算试样中钡的质量分数  $w$  (%) :

$$\omega(\%) = \frac{(\rho - \rho_0)V \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中:

$\rho$ ——自工作曲线 (或标准加入曲线) 上查得的被测试液中钡的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL);

$\rho_0$ ——自工作曲线 (或标准加入曲线) 上查得的空白试液中钡的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL);

$V$ ——试液总体积，单位为毫升(mL);

$V_1$ ——被测试液体积，单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量，单位为克 (g);

$V_2$ ——分取试液体积，单位为毫升(mL)。

### 9 精密度

#### 9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 7 数据采用线性内插法求得：

表 1

钡质量分数/%	重复性限 (r) /%
注：重复性限 (r) 为 $2.8 \times S_r$ ， $S_r$ 为重复性标准差。	

## 9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 2 所列允许差。

表 2

钡质量分数/%	允许差/%

## 10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。