

粘土、高铝质耐火材料化学分析方法
原子吸收分光光度法测定
氧化钙、氧化镁量

UDC 666.76:543
.06

GB 6900.8-86

Fireclay and high-alumina refractories
—Determination of calcium oxide and
magnesium oxide content—Atomic
absorption spectrophotometric method

本标准适用于粘土原料中氧化钙、氧化镁量的测定。

测定范围：氧化钙含量0.050~1.00%，氧化镁含量0.05~2.00%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。其中所用水须经二次处理。

1 方法提要

试样用高氯酸-氢氟酸分解，制成盐酸溶液，加镧作释放剂，于原子吸收分光光度计波长422.7和285.2nm处，以空气-乙炔火焰分别测量钙、镁的吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸 (ρ 1.19g/ml)：优级纯。

2.2 盐酸 (1+1)：用优级纯酸配制。

2.3 硝酸 (ρ 1.42g/ml)：优级纯。

2.4 高氯酸 (70%)：优级纯。

2.5 氢氟酸 (40%)。

2.6 镧溶液 (5%)：称取58.64g氧化镧，置于400ml烧杯中，加少量水润湿，在搅拌下滴加盐酸 (2.1) 至溶解完 (约需盐酸90ml)，加热煮沸至溶液清亮，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀 ($E_{CaO} < 0.010$ ； $E_{MgO} < 0.005$)。

2.7 镧0.5% - 盐酸2.5%混合溶液：移取20.00ml镧溶液 (2.6)，置于200ml容量瓶中，加5.0ml 盐酸 (2.1)，用水稀释至刻度，混匀。

2.8 氧化铝溶液：称取1.1908g金属铝 (99.999%)，置于250ml烧杯中，加26ml盐酸 (2.2)，加热至完全溶解，冷却，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含22.5mg氧化铝。

2.9 氧化钙标准贮存溶液：称取1.7848g预先在140℃烘2h的碳酸钙 (基准试剂)，置于250ml烧杯中，加约100ml水，盖上表皿，从杯嘴滴加10ml盐酸 (2.2) 溶解，加热煮沸以驱尽二氧化碳。取下，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg氧化钙。

2.10 氧化镁标准贮存溶液：称取0.6030g金属镁 (99.99%)，置于250ml烧杯中，加约50ml水，盖上表皿，从杯嘴滴加盐酸 (2.2) 至溶解完，加热煮沸，取下，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg氧化镁。

2.11 氧化钙-氧化镁混合标准溶液：移取50.00ml氧化钙标准贮存溶液 (2.9)、10.00ml氧化镁标

准贮存溶液 (2.10), 置于1000ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 ml含50.0 μ g氧化钙和10.0 μ g氧化镁。

3 仪器

原子吸收分光光度计, 备有0.5 \times 100 mm单缝燃烧器, 钙、镁空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计在最佳工作条件下应达到下列指标:

最低灵敏度: 标准曲线中所用等差浓度标准溶液的最高浓度的吸光度应不低于0.400。

标准曲线线性: 六个等差浓度标准溶液中, 最高与次高浓度标准溶液的吸光度之差, 应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液的吸光度差值的0.8倍。

最低稳定性: 标准曲线中所用最高浓度标准溶液和零浓度溶液多次测量所得到的吸光度, 相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数, 应分别不大于1.50%和0.60%。最低稳定性中变异系数的计算见附录A (补充件)。

WFG-Y₂型原子吸收分光光度计的工作条件参数见附录B (参考件)。

4 试样

4.1 试样应通过180目筛。

4.2 试样分析前应在105~110 $^{\circ}$ C烘2 h, 置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 测定次数

同一试样, 在同一实验室, 应由同一人在不同时间进行2~4次测定。

5.2 试样量

称取0.1g试样, 精确至0.0001g。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验, 所用试剂须取自同一试剂瓶。

5.4 验证试验

随同试样分析同类型的标准试样。

5.5 测定

5.5.1 将试样置于铂皿中, 用少量水润湿, 加2 ml硝酸 (2.3), 5 ml高氯酸 (2.4), 10ml氢氟酸 (2.5), 加热分解至冒尽白烟, 取下, 稍冷, 用少量水冲洗皿壁, 加3 ml高氯酸 (2.4), 继续加热至冒尽白烟, 取下, 冷却, 加2 ml盐酸 (2.1), 5 ml水, 加热蒸干, 取下, 冷却, 加2.5ml盐酸 (2.2), 10ml水, 低温加热至盐类溶解, 取下, 冷却。

移入50ml容量瓶中, 加5.0ml镧溶液 (2.6), 用水稀释至刻度, 混匀, 澄清。

5.5.2 按表1 移取不同体积上述试液 (5.5.1), 置于50ml容量瓶中, 分别用镧0.5% - 盐酸2.5%混合溶液 (2.7), 稀释至刻度, 混匀。

表1 试样含氧化钙、氧化镁量与移取试液关系表

含量范围, %		移取试液量 ml
氧化钙	氧化镁	
<0.50	<0.10	50.00
>0.50~1.00	0.10~0.50	10.00
>1.00~5.00	0.50~1.00	5.00
—	1.00~2.00	2.00