

铁矿石化学分析方法  
原子吸收分光光度法测定钙和镁量

UDC 622.341.1  
:543.06

GB 6730.14-86

Methods for chemical analysis of iron ores  
The flame atomic absorption spectrophotometric  
method for the determination of calcium and  
magnesium content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钙和镁量的测定。测定范围：钙0.03~1.50%，镁0.005~1.20%。

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》。

### 1 方法提要

试样以盐酸-硝酸分解，蒸干，酸不溶残渣经氢氟酸处理后，以碳酸钠熔融，与主液合并。在一定酸度下，以氯化锶为释放剂，于原子吸收分光光度计，波长钙422.7nm、镁285.2nm处，以空气-乙炔火焰，分别进行钙和镁的测定。

### 2 试剂

分析中应使用优级纯试剂。一切试剂不允许贮存于带有胶木盖或橡皮塞的容器内，并不得与此类制品接触。

- 2.1 碳酸钠（无水）。
- 2.2 盐酸（ $\rho$  1.19g/ml）。
- 2.3 盐酸（1+3）。
- 2.4 盐酸（5+95）。
- 2.5 硝酸（ $\rho$  1.42g/ml）。
- 2.6 硫酸（1+1）。
- 2.7 氢氟酸（ $\rho$  1.15g/ml）。

2.8 氯化锶溶液（10%）：取50g氯化锶（ $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）以适量水溶解后，以水稀释至500ml，混匀。如所用氯化锶非优级纯，可按下列方法进行提纯：取约150g氯化锶（ $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，分析纯或化学纯）于500ml烧杯中，以尽可能少的水于约60℃在搅拌下使其全溶，以中速滤纸过滤于600ml烧杯中，稍做洗涤，在室温下放置至有少量结晶析出。然后，一边搅拌，一边加乙醇约100ml，此时有大量氯化锶晶体出现。以较大耐酸漏斗进行减压过滤，并以乙醇充分洗涤4~5次，然后移至适宜器皿中，于洁净环境下晾干，贮于瓶中备用。

2.9 钠溶液：称取50g无水碳酸钠于600ml烧杯中，加水约250ml溶解。在搅拌下缓缓加入盐酸（1+1，约需155ml），直至pH值约为4（pH试纸检查）。煮沸2~3min，除去二氧化碳，冷却，以水稀释至500ml，混匀。此溶液1ml含碳酸钠100mg。在应用时，也可进行适当稀释。

2.10 底液：称取10g高纯铁于300ml烧杯中，以50ml盐酸（2.2）湿热溶解后，小心滴加硝酸（2.5）至氧化作用停止，并在80℃左右蒸至稠浆状，沿杯壁加入40ml盐酸（2.3）使之全溶。冷却，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含铁10mg。在应用中，也可进行适当稀

释,但须补足相应盐酸(2.3)之量。

### 2.11 钙标准溶液

2.11.1 称取0.4370g预先在105℃烘过1h,并已于干燥器中冷却的碳酸钙(高纯试剂)于300ml烧杯中,加水约100ml,覆以表皿,小心滴加10ml盐酸(2.2),缓缓溶解完全后,微沸片刻,冷至室温,移入250ml容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.70mg钙。

2.11.2 移取50.00ml钙标准溶液(2.11.1)于500ml容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.070mg钙。

### 2.12 镁标准溶液

2.12.1 称取0.2487g预先在800℃灼烧过并已于干燥器中冷却的氧化镁(高纯试剂)于300ml烧杯中,覆以表皿,加10ml盐酸(2.3)溶解,移入250ml容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.60mg镁(也可用0.1500g高纯金属镁代替氧化镁,但溶解时须缓慢进行)。

2.12.2 移取5.00ml镁标准溶液(2.12.1)于500ml容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.0060mg镁。

## 3 仪器

原子吸收分光光度计,配备有空气-乙炔燃烧器,钙、镁空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计均应达到下列指标。

最低灵敏度:工作曲线中所用等差系列标准溶液中浓度最大者,其吸光度应不低于0.300。

工作曲线线性:工作曲线顶部20%浓度范围的斜率值(表示为吸光度的变化)在同样方法测定时,与底部20%浓度范围的斜率值之比,不应小于0.7。

最低稳定性:工作曲线中所用浓度最大的标准溶液与浓度为零者经各自多次测定,所得之标准偏差,相对于最高浓度吸光度平均值求得的变异系数,应分别小于1.5%和0.5%。最低稳定性变异系数的计算公式见附录B。

## 4 试样

4.1 一般试样粒度应小于100 $\mu\text{m}$ ,如试样中结合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于160 $\mu\text{m}$ 。

4.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

## 5 分析步骤

### 5.1 测定数量

同一试样,在同一试验室,应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

### 5.2 试样量

称取0.2000g试样。

### 5.3 空白试验

5.3.1 随同试样做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。空白试验的操作,须先加入一定量的高纯铁或铁溶液,使其量与所取试样的含铁量相接近。

5.3.2 在操作之前,应以盐酸(2.2)清洗所用器皿。

5.3.3 钙、镁的空白总量不应太高,以低于相当测定范围的下限为宜。

5.3.4 操作中应时刻注意器皿、环境的洁净,严防空白值增大,必要时可增加空白试验的个数。

### 5.4 校正试验

随同试样分析同类型(指分析步骤相一致)的标准试样。

### 5.5 测定

#### 5.5.1 试样的分解

5.5.1.1 将试样(5.2)置于200ml烧杯中,以少许水湿润摇散,加15ml盐酸(2.2),覆以表皿。在近沸或微沸下加热溶解,并以玻璃棒搅起附着于杯底的残渣。至溶解作用停止后(此时,杯底的黑红色颗粒应全部或基本消失),加2ml硝酸(2.5),缓缓蒸发至近干,继于105℃左右热至干涸。冷却后,加10ml盐酸(2.3)。

5.5.1.2 浸渍片刻,以玻璃棒搅起附着于杯底的残渣,在70~90℃温热1~2min(勿取下表皿),使可溶盐类全溶,然后加20ml热水,热至微沸,立刻取下,以中速滤纸加适量纸浆过滤(滤前,以热盐酸(2.4)及热水先后各预洗两次,并弃去洗液,洗净烧杯)于300ml烧杯中,以擦棒及热水擦除杯内残渣并洗净烧杯,继以热盐酸(2.4)洗残渣及滤纸两次(每次须控制洗液量约为10ml),再以热水洗3~4次,滤液在70~80℃浓缩至约50ml,做为主液保存。

5.5.1.3 如试样含氟,则将试样(5.2)置于200ml聚四氟乙烯(PTFE)烧杯中,加少许水湿润摇散,加15ml盐酸(2.2),覆以PTFE杯盖,在近沸或微沸下加热溶解,至溶解作用停止后,加2ml硝酸(2.5),缓缓蒸发至近干时,除去杯盖,加3ml高氯酸( $\rho$  1.67g/ml),继续蒸发至大量白烟产生,冷却,以少量水冲洗杯壁,再加热至白烟冒尽为止。冷却,加10ml盐酸(2.3),以下按5.5.1.2进行。空白试验亦同样处理。

### 5.5.2 残渣的处理

将残渣及滤纸置于铂坩锅中,灰化,在约700℃灼烧10~15min,冷却后,以水湿润,滴加4滴硫酸(2.6),加5ml氢氟酸(2.7),缓缓加热,直至白烟冒尽。然后于约700℃灼烧2~3min,冷却,加1.000g无水碳酸钠(2.1),在喷灯上于约1000℃左右进行熔融,并不时转动坩锅,使残渣熔融完全。熔融物冷却后,以水将坩锅外部充分洗净,置入主液中,温热下浸取熔融物,以尽可能少的水洗出坩锅,此时,溶液应呈清亮状态。移入100ml容量瓶中,冷至室温,加5.0ml氯化锶溶液(2.8),以水稀释至刻度,混匀。

注:如试样含钛、硫酸钡等组分较高,浸取熔融物后溶液浑浊,可用慢速滤纸加纸浆过滤、温水洗3次的方式除去浑浊物(必要时可再次过滤),直至溶液清亮。如滤液体积增大,可适当温热浓缩之。空白试验亦同样处理。

### 5.5.3 试液的分取

按表1移取试液于另一个100ml容量瓶中,并补加相应盐酸(2.3)和氯化锶溶液(2.8),以水稀释至刻度,混匀,即为待测试样溶液。

表1 试液分取量表

| 测定组分 | 含量范围<br>%   | 分取量<br>ml                     | 相当试样量<br>g | 盐酸(2.3)加入量<br>ml | 氯化锶(2.8)加入量<br>ml |
|------|-------------|-------------------------------|------------|------------------|-------------------|
| 钙    | 0.030~0.18  | 不分取                           | 0.2000     | 0                | 0                 |
|      | >0.18~0.35  | 40.00                         | 0.0800     | 4.80             | 3.00              |
|      | >0.35~0.70  | 25.00                         | 0.0500     | 6.00             | 3.75              |
|      | >0.70~1.50  | 20.00                         | 0.0400     | 6.40             | 4.00              |
| 镁    | 0.0050~0.03 | 不分取                           | 0.2000     | 0                | 0                 |
|      | >0.03~0.12  | 25.00                         | 0.0500     | 6.00             | 3.75              |
|      | >0.12~0.30  | 10.00                         | 0.0200     | 7.20             | 4.50              |
|      | >0.30~0.60  | 5.00                          | 0.0100     | 7.60             | 4.75              |
|      | >0.60~1.20  | $10.00 \times \frac{20}{100}$ | 0.0040     | 8.00             | 4.90              |