

表 3 (续)

测定指标	测定范围/%	允许差/%
MgO	0.02~0.20	0.01
	>0.20~1.00	0.02
	>1.00~2.00	0.03
	>2.00~3.00	0.05
P	0.001 0~0.010	0.005 0
	>0.010~0.025	0.010
	>0.025~0.050	0.015
	>0.050~0.10	0.020

8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 试样;
- 本标准号;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

中华人民共和国有色金属行业标准

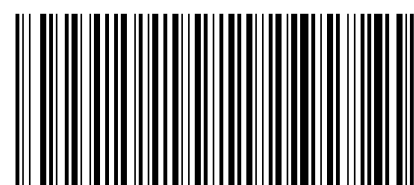
YS/T 360.6—2011
代替 YS/T 360—1994

钛铁矿精矿化学分析方法

第 6 部分:氧化钙、氧化镁、磷量的测定

等离子体发射光谱法

Methods of chemical analysis for ilmenite concentrate—
Part 6: Determination of calcium oxide, magnesium oxide, phosphorus content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry



YS/T 360.6-2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-23671

定价: 14.00 元

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
 行业标准
 钛铁矿精矿化学分析方法
 第6部分:氧化钙、氧化镁、磷量的测定
 等离子体发射光谱法
 YS/T 360.6—2011
 *
 中国标准出版社出版发行
 北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
 北京市西城区三里河北街16号(100045)
 网址 www.spc.net.cn
 总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
 读者服务部:(010)68523946
 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
 各地新华书店经销
 *
 开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
 2012年6月第一版 2012年6月第一次印刷
 *
 书号:155066·2-23671 定价 14.00 元
 如有印装差错 由本社发行中心调换
 版权专有 侵权必究
 举报电话:(010)68510107

6.6 测定

6.6.1 测定条件

推荐的分析线,仪器设备推荐的工作条件下。

6.6.2 测量

6.6.2.1 仪器优化后,按表1所示推荐的分析线,由低到高测量绘制工作曲线的标准系列溶液中被测元素的发射光强度。分别以被测元素的质量浓度为横坐标,分析线发射光强度为纵坐标,计算机自动绘制工作曲线。

6.6.2.2 测量试料溶液和空白溶液中被测元素的发射光强度

6.6.3 结果计算

根据试料溶液的强度值,计算机自动由工作曲线计算出被测元素的量,乘以对应的换算系数(钙为1.4,镁为1.66,磷为1),即得待测物的量。氧化钙、氧化镁的计算结果表示到小数点后两位,磷的计算结果保留两位有效数字。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果差的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得。

表 2

氧化钙的质量分数/%	0.17	0.21	0.28	0.44
重复性 r /%	0.014	0.015	0.019	0.030
氧化镁的质量分数/%	0.12	0.13	0.29	1.30
重复性 r /%	0.004 8	0.006 3	0.007 5	0.020
磷的质量分数/%	0.019	0.029	0.036	0.048
重复性 r /%	0.009 3	0.010	0.011	0.013

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列的允许差。

表 3

测定指标	测定范围/%	允许差/%
CaO	0.02~0.20	0.02
	>0.20~1.00	0.05
	>1.00~1.50	0.08
	>1.50~2.00	0.10

- 仪器分辨率:200 nm 处小于 0.007 nm;
- 推荐的分析线见表 1;
- 在基体存在下求出检出限,其值应不大于表 1 所列数值;
- 仪器的短期稳定性:被测元素最大质量浓度溶液连续测量 5 次,其发射光绝对强度的相对标准偏差应小于 0.8%;
- 工作曲线的线性,其相关系数应大于 0.999。

表 1

元素	分析线/nm	检出限/($\mu\text{g}/\text{mL}$)
Ca	317.933	0.036
Mg	285.213	0.028
P	178.287	0.008 7

5 试样

- 5.1 试样粒度应不大于 90 μm 。
- 5.2 试样需预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.100 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,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

将试料(6.1)置于铂金坩埚中,加入 4 mL~5 mL 氢氟酸(3.1),5 mL~6 mL 高氯酸(3.2)。置于砂浴上加热至冒浓厚白烟后取下(注意防止样品溶液变浑浊),冷却,加入 10 mL 盐酸(3.7)于砂浴上溶解盐类,微沸后取下,冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.5 标准溶液的制备

分别移取 0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL 混合标准溶液(3.11)至一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.7),用水稀释至刻度。此标准系列溶液 1 mL 分别含磷 0.0 μg 、0.2 μg 、0.5 μg 、1.0 μg 、2.5 μg ,含钙、镁 0.0 μg 、2.0 μg 、5.0 μg 、10.0 μg 、25.0 μg 。

前 言

YS/T 360《钛铁矿精矿化学分析方法》分为六个部分:

- 第 1 部分:二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法;
- 第 2 部分:全铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 3 部分:氧化亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分:氧化铝量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 5 部分:二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法;
- 第 6 部分:氧化钙、氧化镁、磷量的测定 等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 360 第 6 部分。

本部分代替 YS/T 360—1994《钛铁矿(砂矿)精矿化学分析方法》(原 YB 878—76)的第三部分《磷的测量》和第六部分《氧化钙、氧化镁的测定》。

本部分与 YS/T 360—1994 相比,主要变化如下:

- 采用等离子体发射光谱法(ICP-AES 法)同时测定试样中的氧化钙、氧化镁、磷量;
- 采用铂坩埚砂浴加氢氟酸、高氯酸溶解样品;
- 增加了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:遵义钛业股份有限公司、金川集团有限公司、云南新立有色金属有限公司、抚顺钛业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人:杨学新、向伦强、瞿昕薇、喻生洁、张江峰、张健、庄军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YB 878—1976;
- YS/T 360—1994。