

高钛渣、金红石化学分析方法 第7部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of high titanium slag and rutile—
Part 7: Determination of calcium oxide and magnesium oxide content—
Flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
高钛渣、金红石化学分析方法
第7部分：氧化钙、氧化镁量的测定
火焰原子吸收光谱法
YS/T 514.7—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

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
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

书号：155066·2-20586 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)68533533



YS/T 514.7—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.8。

4.2 微波消解罐。

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,置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

做 3 份试料的平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 溶解试料

6.4.1.1 高钛渣

将试料(6.1)置于铂坩埚中,加 4 mL 高氯酸(3.1),加 8 mL 氢氟酸(3.2),置于砂浴上加热溶解(如试料不能完全溶解,可适当补加氢氟酸),蒸至冒浓厚高氯酸烟时取下(不可过热以免钛水解),稍冷,加 10 mL 盐酸(3.3),于砂浴上加热溶解盐类,取下冷却至室温。

6.4.1.2 金红石

将试料(6.1)置于消解罐(4.2)中,加 5 mL 硝酸(3.4),加 5 mL 氢氟酸(3.2),轻轻摇动消解罐,使酸与试料充分混合,采用微波消解。试料消解完毕后,转入铂坩埚中,加 4 mL 高氯酸(3.1),置于砂浴上加热,蒸至冒浓厚高氯酸烟时取下(不可过热以免钛水解),稍冷。加 10 mL 盐酸(3.3),于砂浴上加热溶解盐类,取下冷却至室温。

6.4.1.3 将试液(6.4.1.1 和 6.4.1.2)移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 分别移取五份试液(6.4.1.3)于 25 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 钙标准溶液(3.9)和 0.00 mL、0.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 镁标准溶液(3.10),加 5 mL 硝酸镉(3.5),用水稀释至刻度,混匀。

表 1

氧化钙量/%	移取体积/mL	氧化镁量/%	移取体积/mL
0.10~0.70	10.0	>0.02~0.10	10.00
>0.70~2.0	5.00	>0.10~1.0	5.00
>2.0~5.0	2.00	>1.0~4.0	2.00
>5.0	1.00	>4.0	1.00

6.4.3 在仪器的最佳工作条件下,使用空气-乙炔火焰,分别于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 和 285.2 nm 处,以流程空白调零,测定待测溶液中钙、镁的吸光度。以加入的钙、镁标准溶液浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将此曲线向左外延至与横坐标交点,即为试料溶液中钙、镁的浓度。

前 言

YS/T 514《高钛渣、金红石化学分析方法》分为 10 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:硫量的测定 高频红外吸收法;

——第 4 部分:二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法;

——第 5 部分:氧化铝量的测定 EDTA 滴定法;

——第 6 部分:一氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 7 部分:氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 8 部分:磷量的测定 铈钼蓝分光光度法;

——第 9 部分:氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;

——第 10 部分:碳量的测定 高频红外吸收法。

本部分为 YS/T 514 的第 7 部分。

本部分代替 YS/T 514.12—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 EGTA 和 CyDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁量》。

本部分与 YS/T 514.12—2006 相比,主要变化如下:

——用火焰原子吸收光谱法代替原来的滴定法测定;

——采用铂坩埚砂浴加氢氟酸、高氯酸溶解试料;

——增加了精密度和质量保证与控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:遵义钛业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:金川集团有限公司、抚顺钛业有限公司。

本部分主要起草人:罗霖、杨学新、瞿昕薇、喻生洁、庄军、马玉萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4102.12—1983;

——YS/T 514.12—2006。