

### 铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and beryl—  
Part 6: Determination of calcium oxide content—  
Flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
铍精矿、绿柱石化学分析方法  
第 6 部分：氧化钙量的测定  
火焰原子吸收光谱法  
YS/T 254.6—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 7 千字  
2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-23604 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



YS/T 254.6-2011

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

比应不小于 0.7。

## 5 试样

- 5.1 铍精矿、绿柱石应通过筛孔为 0.074 mm 的筛网。  
5.2 试样预先在 105 ℃~110 ℃烘干 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

独立进行二次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

- 6.4.1 将试料(6.1)置于 50 mL 铂皿中,加入 2 g 氟化氢铵(3.1),5 mL 氢氟酸(3.3),置于电炉上缓慢加热分解,并蒸干将氟化氢铵赶尽,取下,冷却。  
6.4.2 加入 2 mL 盐酸溶液(3.4),用少量水吹洗铂皿壁,加入 1 mL 高氯酸(3.2),置于电炉上蒸至冒浓的高氯酸白烟,用少量水吹洗铂皿壁,置于电炉上蒸至高氯酸白烟冒尽,取下,冷却。  
6.4.3 加入 2 mL 盐酸溶液(3.4)置于电炉上蒸干。取下,冷却。加入 2 mL 盐酸溶液(3.4),加入 25 mL 水,低温加热,使盐类完全溶解,溶液清亮后,取下,冷却至室温。  
6.4.4 将溶液移入 100 mL 容量瓶中,加入 4.0 mL 镧溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。  
6.4.5 氧化钙含量>0.80%时,移取 20.00 mL 溶液(6.4.4),置于 50 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 盐酸溶液(3.4)、1.2 mL 镧溶液(3.5),置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。  
6.4.6 将溶液(6.4.4 或 6.4.5)在原子吸收光谱仪上于波长 422.7 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测定氧化钙的吸光度,从工作曲线上查出相应氧化钙的含量。

### 6.5 工作曲线的绘制

- 6.5.1 移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氧化钙标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸溶液(3.4)、4.0 mL 镧溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。  
6.5.2 将溶液(6.5.1)在原子吸收光谱仪上于波长 422.7 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测定氧化钙的吸光度,以氧化钙量为横坐标,吸光度(减去零浓度的吸光度)为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果计算

氧化钙含量以氧化钙的质量分数  $w_{\text{CaO}}$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{CaO}} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

## 前 言

YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》分为七个部分:

- 第 1 部分:氧化铍量的测定 磷酸盐重量法;
- 第 2 部分:三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法;
- 第 3 部分:磷量的测定 磷钼钒酸分光光度法;
- 第 4 部分:氧化锂量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第 6 部分:氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:水分量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 254 的第 6 部分。

本部分代替 YS/T 254.6—1994《铍精矿-绿柱石化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙量》(原 GB/T 5870.6—1986)。

本部分与 YS/T 254.6—1994 相比主要变化如下:

- 将“加入镧-锶混合溶液”改为“加入镧溶液”;
- 增加了重复性条款;
- 对文本格式进行了重新编辑,增加了质量保证和控制条款。

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:新疆有色金属研究所、湖南有色金属研究院、新疆阿拉山口出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:关玉珍、徐军、王宏川、庞文林、黄平、吕小华、张兴德。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5870.6—1986、YS/T 254.6—1994。

## 铍精矿、绿柱石化学分析方法

### 第6部分：氧化钙量的测定

#### 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

YS/T 254 的本部分规定了铍精矿、绿柱石中氧化钙含量的测定方法。  
本部分适用于铍精矿、绿柱石中氧化钙的测定。测定范围为 0.05%~2.00%。

#### 2 方法提要

试料用氟化氢铵-氢氟酸分解，加高氯酸冒烟除氟后，在盐酸介质中，加入镧释放剂，于原子吸收光谱波长 422.7 nm 处，以空气-乙炔火焰进行氧化钙的测定。

#### 3 试剂

- 3.1 氟化氢铵。
- 3.2 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 3.3 氢氟酸( $\rho$ 1.13 g/mL)。
- 3.4 盐酸溶液(1+1)优级纯。
- 3.5 镧溶液：称取 29.3 g 氧化镧( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) (高纯级)，置于 250 mL 烧杯中，搅拌下缓慢加入盐酸溶液(3.4)至氧化镧溶解，加热煮沸清亮，冷却至室温，将溶液移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 3.6 氧化钙标准贮存溶液：称取 1.785 0 g 预先在 300 °C~400 °C 灼烧 1.5 h 并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙[ $w(\text{CaCO}_3) \geq 99.9\%$ ]，置于 250 mL 烧杯中。加入 100 mL 水，盖上表皿，从杯嘴慢慢加入 30 mL 盐酸溶液(3.4)，加热至碳酸钙全部溶解，煮沸驱除二氧化碳，冷却至室温，用水吹洗表皿，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 相当于 1 000  $\mu\text{g}$  氧化钙。
- 3.7 氧化钙标准溶液：移取 100.00 mL 氧化钙标准贮存溶液(3.6)，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 相当于 100  $\mu\text{g}$  氧化钙。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪，附钙空心阴极灯。

在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 特征浓度：在与测定溶液的基体相一致的溶液中，钙的特征浓度应不大于 0.10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
- 精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%；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平均吸光度的 0.5%。
- 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之