



中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 159. 7—2015

代替 YB/T 159. 7—1999

钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量 的测定 火焰原子吸收光谱法

Titanium concentrate(rock minerals)—Determination of calcium oxide and magnesium
oxide content—The flame atomic absorpton spectrophotometlric method

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YB/T 159《钛精矿(岩矿)》分为以下 7 个部分:

- 第 1 部分 钛精矿(岩矿) 二氧化钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法;
- 第 2 部分 钛精矿(岩矿) 全铁含量的测定 三氯化钛重铬酸钾滴定法;
- 第 3 部分 钛精矿(岩矿) 氧化亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分 钛精矿(岩矿) 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法;
- 第 5 部分 钛精矿(岩矿) 硫含量的测定 燃烧碘量法;
- 第 6 部分 钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 EGTA-CyDTA 滴定法;
- 第 7 部分 钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 YB/T 159 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YB/T 159.7—1999《钛精矿(岩矿)化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙和氧化镁含量》,与 YB/T 159.7—1999 相比,主要技术变化如下:

- 本部分增加了“警告”说明和“试验报告”要求;
- 更新了规范性引用文件;
- 修改了取样和制样的要求,规定按照 GB/T 6730.1 和 GB/T 10322.1 的要求进行取制样;
- 本部分增加了“结果计算”要求及规范性附录 A。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC318)归口。

本部分起草单位:国家冶金工业铁精矿质量监督检测中心、国家钒钛制品质量监督检验中心、金属矿产资源高效循环利用国家工程研究中心。

本部分主要起草人:徐修平、华绍广、方霖、李波、黄元。

本部分所代替标准的历次发布情况:

- YB/T 159.7—1999。

钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本部分规定了用火焰原子吸收光谱法测定氧化钙和氧化镁含量。

本部分适用于钛精矿(岩矿)中氧化钙和氧化镁含量的测定,测定范围(质量分数):氧化钙0.050%~2.00%,氧化镁0.050%~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备

GB/T 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单刻线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单刻线吸量管

3 原理

试料以盐酸、氢氟酸、高氯酸分解,在稀盐酸介质中以锶盐作释放剂,用钙、镁空心阴极灯于原子吸收光谱仪波长钙 422.7nm,镁 285.2nm 处,以空气-乙炔火焰分别测定氧化钙和氧化镁的吸光度。

4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水,符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 盐酸,ρ1.19g/mL。

4.2 盐酸,1+1。

4.3 氢氟酸,ρ1.15g/mL。

4.4 高氯酸,ρ1.67g/mL。

4.5 氯化锶溶液,50g/L。

称取 76g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)以适量水溶解,过滤于 250mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。如所用氯化锶非优级纯,按下法进行提纯: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℃在搅拌下使其全部溶解,以中速滤纸过滤于 600mL 烧杯中,稍做洗涤,在室温下放置到有少量结晶析出,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。过滤,并以乙醇洗涤 4 次~5 次,然后移至适宜器皿中,于洁净的环境下凉干,贮于瓶中备用。

4.6 氧化钙标准溶液

4.6.1 储备液

称取 0.5000g 预先在 800℃灼烧过并已于干燥器中冷却的氧化钙(高纯试剂)于 300mL 烧杯中,加水约 100mL,盖上表面皿,慢慢加入 33mL 盐酸(见 4.2)溶解完全,移入 500mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 氧化钙。

4.6.2 标准溶液

移取 25.00mL 储备液(见 4.6.1)于 500mL 容量瓶中,加入 28.5mL 盐酸(见 4.2),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 50.00 μ g 氧化钙。

4.7 氧化镁标准溶液

4.7.1 储备液

称取 0.2500g 预先在 800℃灼烧过并于干燥器中冷却的氧化镁(高纯试剂)于 300mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 33mL 盐酸(见 4.2)溶解完全,移入 500mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 0.50mg 氧化镁。

4.7.2 标准溶液 A

移取 10.00mL 储备液(见 4.7.1)于 100mL 容量瓶中,加 5.4mL 盐酸(见 4.2)以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 50.00 μ g 氧化镁。

4.7.3 标准溶液 B

移取 20.00mL 储备液(见 4.7.2)于 100mL 容量瓶中,加 4.8mL 盐酸(见 4.2)以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 10.00 μ g 氧化镁。

5 仪器

5.1 吸量管和容量瓶应符合 GB/T 12808 和 GB/T 12806 的规定。

5.2 原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器,钙、镁空心阴极灯,空气和乙炔气体要足够纯净,不含水分、油和钙、镁。

按照 GB/T 7728 要求,所用原子吸收光谱仪应达到下列指标:

1) 精密度的最低要求

用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,计算其吸光度平均值和标准偏差,此标准偏差不应超过最高标准溶液吸光度平均值的 1.0%。

用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度,计算其吸光度的平均值和标准偏差,此标准偏差不应超过最低标准溶液吸光度平均值的 0.5%。

2) 特征浓度

氧化钙的特征浓度要优于 0.3 μ g/mL。

氧化镁的特征浓度要优于 0.02 μ g/mL。

3) 检出限

氧化钙的检出限要优于 0.03 μ g/mL。

氧化镁的检出限要优于 0.002 μ g/mL。

4) 校准曲线的线性

校准曲线上端 20%浓度范围内的斜率(以吸光度的改变量 ΔA 计)与下端 20%浓度范围内斜率的比值不应小于 0.7。

5.3 聚四氟乙烯坩埚,80mL。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样。一般试样粒度应小于 100 μ m。如试样中化合水或易氧化物

含量高时,其粒度应小于 160 μ m。

6.2 预干燥试样的制备

按照 GB/T 6730.1 在 105℃ $\pm$ 2℃下干燥试样。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

称取 0.10g 预干燥试样(见 6.2),精确至 0.0001g。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

取试料(见 7.2)置于聚四氟乙烯坩埚中,以少量水湿润,摇散,分 3 次共加入 15.0mL 盐酸(见 4.1),在电热板上溶解至残存少量黑渣时(中途多次摇动,避免结底,保持足量的酸不让溶液浑浊),加入 5mL 氢氟酸(见 4.3),溶解到基本上无黑渣,加 3mL 高氯酸(见 4.4),继续加热,冒白烟,直至试料分解完全。取下坩埚,稍冷,以水吹洗坩埚内壁,继续加热冒高氯酸白烟至近干。取下,加 6.0mL 盐酸(见 4.2),用水吹洗坩埚内壁至约 20mL 体积,低温溶解盐类。取下,冷却,转入 100mL 容量瓶中,加入 10.0mL 氯化锶溶液(见 4.5),用水稀释至刻度,混匀,待测。

7.5.2 试液的分取

视试料溶液钙镁(见 7.5.1)浓度的高低,按表 1 移取试液于另一个 100mL 容量瓶中并补加相应的盐酸(见 4.2)和氯化锶溶液(见 4.5),以水稀释至刻度,混匀,即为待测试料溶液。

表 1 不同氧化钙、氧化镁含量试液的分取

测定组分	含量范围/% (质量分数)	分取量 mL	相当试料量 mg	盐酸(4.2) 补加量 mL	氯化锶溶液 (见 4.5)补加量 mL
氧化钙	0.05~0.50	0.00	0.1000	0	0
	>0.50~2.00	20.00	0.0200	4.8	8.0
氧化镁	0.05~0.10	0.00	0.1000	0	0
	>0.10~0.50	20.00	0.0200	4.8	8.0
	>0.50~1.00	10.00	0.0100	5.4	9.0

7.5.3 校准曲线溶液的配制

7.5.3.1 移取 0.00mL,1.00mL,2.00mL,4.00mL,6.00mL,8.00mL,10.00mL 氧化钙标准溶液(见 4.6.2)分别置于一组 100mL 容量瓶中,分别加 6.0mL,5.9mL,5.9mL,5.8mL,5.6mL,5.5mL,5.4mL 盐酸(见 4.2)和 10.0mL 氯化锶溶液(见 4.5),以水稀释至刻度,混匀。

7.5.3.2 移取 0.00mL,1.00mL,2.00mL,4.00mL,6.00mL,8.00mL,10.00mL 氧化镁标准溶液(见 4.7.3)分别置于一组 100mL 容量瓶中,分别加 6.0mL,5.9mL,5.9mL,5.8mL,5.6mL,5.5mL,5.4mL 盐酸(见 4.2)和 10.0mL 氯化锶溶液(见 4.5),以水稀释至刻度,混匀。

7.5.4 测量

7.5.4.1 在原子吸收光谱仪上于波长钙 422.7nm 或镁 285.2nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,分别测量氧化钙或氧化镁的吸光度。先用氧化钙或氧化镁校准曲线系列浓度最大的溶液测量,并调节火焰状态和燃烧器位置以达到最大吸光度。然后按浓度由低到高的顺序依次喷入氧化钙或氧化镁的校准曲线系列溶液和待测试料溶液及空白试验溶液,每一溶液测量均以水调零,并至少重复测量两次,记下获得的稳定读数,求得各自平均吸光度。

7.5.4.2 校准曲线系列每一溶液的平均吸光度减去零浓度溶液的平均吸光度为氧化钙或氧化镁校准曲线系列溶液的净吸光度,以氧化钙或氧化镁浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

7.5.4.3 取试料溶液的平均吸光度和随同试料空白溶液的平均吸光度,从校准曲线上分别查出各自的氧化钙或氧化镁的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

8 结果计算

8.1 氧化钙或氧化镁含量的计算

按式(1)计算氧化钙含量(w_{CaO})或氧化镁含量(w_{MgO}),以质量百分数表示:

$$w_{\text{CaO}}(\%) \text{ 或 } w_{\text{MgO}}(\%) = \frac{(c_2 - c_1)V}{m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c_2 ——从校准曲线上查得的试料溶液中氧化钙或氧化镁浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_1 ——从校准曲线上查得的随同试料空白溶液中氧化钙或氧化镁浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——待测试料溶液稀释后体积,单位为毫升(mL);
- m ——测量溶液相当的试料量,单位为克(g)。

8.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于表 2 和表 3 规定的允许差,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值大于表 2 和表 3 规定的允许差,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,小于 1.0%时,保留两位有效数字;大于或等于 1.0%时,表示至小数后两位小数。

9 允许差

分析结果的差值应不大于表 2 和表 3 所列允许差。

表 2 氧化钙含量的允许差 %(质量分数)

氧化钙含量	允 许 差
0.050~0.10	0.016
>0.10~0.50	0.04
>0.50~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.14

表 3 氧化镁含量的允许差 %(质量分数)

氧化镁含量	允 许 差
0.050~0.10	0.010
>0.10~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.08

10 试验报告

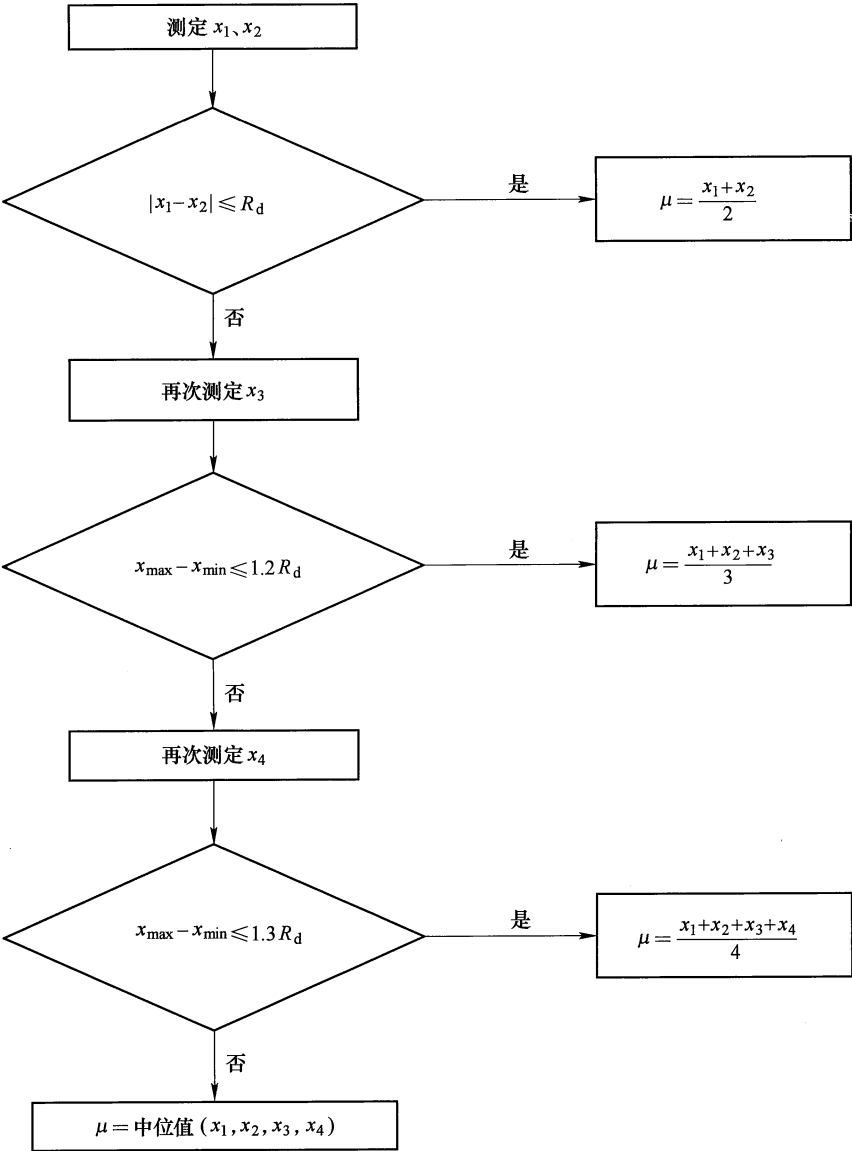
试验报告应包括下列信息：

- a) 测试实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分的编号；
- d) 试样本身必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 标准样品名称和结果；

g) 测定过程中存在的任何异常特性和在本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性附录)
试样分析值接受程序流程图

从独立的重复结果开始



注: R_d 即表 2 和表 3 所列允许差。

图 A.1 试样分析值接受程序流程图

中华人民共和国黑色冶金
行 业 标 准
钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量
的测定 火焰原子吸收光谱法

YB/T 159.7—2015

*

冶金工业出版社出版发行
北京北河沿大街嵩祝院北巷39号
邮政编码:100009

北京七彩京通数码快印有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2015 年 9 月第一版 2015 年 9 月第一次印刷

*

统一书号:155024·0756 定价:25.00 元

155024·0756



9 715502 407561 >