

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 514.7—2009
代替 YS/T 514.12—2006

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

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

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 钼钒蓝分光光度法；
- 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。

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

1 范围

YS/T 514 的本部分规定了高钛渣、金红石中氧化钙、氧化镁量的测定。

本部分适用于高钛渣、金红石中氧化钙、氧化镁量的测定。测定范围：氧化钙：0.10%~7.0%；氧化镁：0.020%~8.0%。

2 方法提要

将高钛渣置于铂坩埚中用高氯酸、氢氟酸溶解；金红石采用微波消解溶解。将溶解后的试液加热至冒浓厚高氯酸烟，取下，稍冷后加盐酸溶解盐类，加入硝酸锶掩蔽干扰元素。于原子吸收分光光度计上，波长 422.7 nm 和 285.2 nm 处，以空气-乙炔火焰测定钙、镁的吸光度，从而计算试料中氧化钙、氧化镁的量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 高氯酸(ρ 约 1.76 g/mL)。
- 3.2 氢氟酸(ρ 约 1.15 g/mL)，优级纯。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 硝酸(GR)。
- 3.5 硝酸锶溶液(40 g/L)：称取 20 g 硝酸锶，溶于水中，移入 500 mL 容量瓶，以水稀释到刻度，混匀。
- 3.6 盐酸(ρ 约 1.19 g/mL)。
- 3.7 钙标准贮存溶液：称取 0.249 7 g 基准试剂碳酸钙(预先在 105 °C 烘 1 h 后，于干燥器中冷却至室温)，置于 300 mL 烧杯中，加 20 mL 水，滴加盐酸(3.6)至完全溶解，再过量 10 mL 盐酸(3.6)，煮沸除去二氧化碳，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钙。
- 3.8 镁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 镁(质量分数 $\geq 99.99\%$)，置于 300 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸(3.6)溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镁。
- 3.9 钙标准溶液：移取 10.00 mL 钙标准贮存溶液(3.7)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 钙。
- 3.10 镁标准溶液：移取 10.00 mL 镁标准贮存溶液(3.8)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镁。

4 仪器

4.1 原子吸收光谱仪，附钙、镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 特征浓度：在与测量溶液的基体一致的溶液中，Ca 的特征浓度应不大于 0.30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；Mg 的特征浓度应不大于 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
- 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 1.0%；