

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1157.3—2016

粗氢氧化钴化学分析方法 第3部分：钙量和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of crude cobalt hydroxide—
Part 3: Determination of calcium and magnesium contents—
Flame atomic absorption spectrometry and
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

前 言

YS/T 1157《粗氢氧化钴化学分析方法》分为以下4个部分：

- 第1部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第2部分：镍、铜、锰、铁、铅、锌、砷和镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：钙量和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：锰量的测定 电位滴定法。

本部分为YS/T 1157的第3部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分主要起草单位：金川集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司。

本部分方法1参加起草单位：北京有色金属研究总院、湖南有色金属研究院、英德佳纳金属科技有限公司。

本部分方法1主要起草人：陈雄飞、张晓、张志鑫、任利华、喻生洁、潘梅荣、邹智、庞文林、谢柏华、沈佳跃、吴迟春、骆月英、梁玉兰。

本部分方法2参加起草单位：上海有色金属工业技术监测中心有限公司、广州有色金属研究院、格林美股份有限公司、苏州有色金属研究院有限公司、英德佳纳金属科技有限公司。

本部分方法2主要起草人：喻生洁、任利华、李希凯、吕庆成、吴亚辉、张晓、侯川、熊晓燕、庄艾春、王津、周良、范娟惠、范翠、朱丽、张惠琳、吴迟春、骆月英。

粗氢氧化钴化学分析方法

第3部分:钙量和镁量的测定

火焰原子吸收光谱法和 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

YS/T 1157的本部分规定了粗氢氧化钴中钙量和镁量的测定方法。

本部分适用于粗氢氧化钴中钙量和镁量的测定。方法1测定范围为钙0.10%~3.00%,镁0.10%~2.50%;方法2测定范围为钙 \geq 3.00%~7.00%,镁 \geq 2.50%~10.00%。

2 方法1 火焰原子吸收光谱法

2.1 方法提要

试料以盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸分解。在稀盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长422.7 nm和285.2 nm处,分别测量钙、镁的吸光度,按工作曲线法计算钙和镁的含量。

2.2 试剂

除非另有说明外,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,所用水为实验室二级水或纯度相当的水。

2.2.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

2.2.3 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

2.2.4 高氯酸($\rho=1.84$ g/mL)。

2.2.5 盐酸(1+1)。

2.2.6 镧溶液(40 g/L)。称取24.4 g氧化镧(La_2O_3)于200 mL烧杯中,加入50 mL水、20 mL盐酸(2.2.2),加热至完全溶解,取下,冷却至室温。移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.7 钙标准贮存溶液:称取2.500 g碳酸钙($w_{\text{CaCO}_3} \geq 99.95\%$,预先在105 °C烘1 h,并置于干燥器内冷却至室温)于250 mL烧杯中,加入30 mL水、20 mL盐酸(2.2.5),加热至完全溶解,煮沸除去二氧化碳,取下,冷却至室温。移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg钙。

2.2.8 镁标准贮存溶液:称取0.165 8 g氧化镁($w_{\text{MgO}} \geq 99.95\%$,预先在800 °C灼烧至恒重,置于干燥器中冷却至室温)于250 mL烧杯中,加少量水润湿,加10 mL盐酸(2.2.5)加热溶解完全,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.1 mg镁。

2.2.9 钙标准溶液:移取20.00 mL钙标准贮存溶液(2.2.7)于200 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸(2.2.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 钙。

2.2.10 镁标准溶液:移取20.00 mL镁标准贮存溶液(2.2.8)于200 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸(2.2.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 μg 镁。

2.3 仪器

原子吸收光谱仪,配备钙空心阴极灯、镁空心阴极灯;空气-乙炔预混合燃烧器。