



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.13—2004  
代替 GB/T 1832—1979  
GB/T 1833—1979

---

## 锡精矿化学分析方法 氧化镁、氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—  
Determination of magnesium oxide and calcium oxide  
contents—Flame atomic absorption spectrometric method

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准是对 GB/T 1832—1979《锡精矿中氧化镁量的测定(二甲苯胺蓝Ⅱ吸光光度法)》及 GB/T 1833—1979《锡精矿中氧化钙量的测定(EDTA 滴定法)》的修订。修订的主要内容是:采用火焰原子吸收光谱法测定氧化镁量和氧化钙量。测定范围:氧化镁 0.010%~2.00%;氧化钙 0.050%~7.00%。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1832—1979 和 GB/T 1833—1979。

本标准中附录 A 为资料性附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司起草。

本标准由广州有色金属研究院、云南省分析测试中心参加起草。

本标准主要起草人:苏爱萍、张云、黄瑜。

本标准主要验证人:王津、贺与平、戴凤英。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1832—1979、GB/T 1833—1979。

# 锡精矿化学分析方法

## 氧化镁、氧化钙量的测定

### 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本标准规定了锡精矿中氧化镁含量、氧化钙含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中氧化镁含量、氧化钙含量的测定。测定范围：氧化镁 0.010%~2.00%；氧化钙 0.050%~7.00%。

#### 2 方法原理

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸溶解，在稀盐酸介质中，加入一定量的铈盐、镧盐抑制干扰元素，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处，测量氧化镁的吸光度；于波长 422.6 nm 处，测量氧化钙的吸光度。

#### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.3 氢氟酸( $\rho$ 1.13 g/mL)。

3.4 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 铈盐溶液：称取 50 g 二氯化铈于 250 mL 烧杯中，用水溶解完全后移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 200 mL 盐酸(3.1)，冷却至室温后，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 二氯化铈。

3.7 镧盐溶液：称取 50 g 三氧化二镧于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，小心加入 80 mL 盐酸(3.1)，于低温电炉溶解完全，取下冷至室温。用水移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 三氧化二镧。

3.8 氧化镁标准贮存溶液：将氧化镁( $\geq$ 99.99%)预先在 800℃灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温。称取 0.250 0 g 氧化镁于 250 mL 烧杯中，加少量水润湿，加 5 mL 盐酸(3.5)溶解完全后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.25 mg 氧化镁。

3.9 氧化镁标准溶液：移取 10.00 mL 氧化镁标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu$ g 氧化镁。

3.10 氧化钙标准贮存溶液：称取 0.892 4 g 在 120℃烘干的碳酸钙(99.99%)于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，加 15 mL 盐酸(3.5)溶解完全后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钙。

3.11 氧化钙标准溶液：移取 50.00 mL 氧化钙标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 氧化钙。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯、钙空心阴极灯。

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:在与测量溶液基体相一致的溶液中,氧化镁的特征浓度应不大于 0.004 5  $\mu\text{g/mL}$ 、氧化钙的特征浓度应不大于 0.090  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 精密性: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%;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比,应不小于 0.9。
- 仪器工作条件见附录 A(资料性附录)。

## 5 试样

- 5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。
- 5.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.1 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

独立地进行 2 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 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 6 mL 盐酸(3.1),5 mL 氢氟酸,置于 200 $^{\circ}\text{C}$  以下低温电炉上分解数分钟,再加入 2 mL 硝酸,继续分解至近干,加入 1 mL 高氯酸,低温蒸至冒尽白烟,取下稍冷。
- 6.4.2 加入 1 mL 盐酸(3.1),用少量水吹洗杯壁,加热溶解可溶性盐类,取下冷却至室温。
- 6.4.3 将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 6.4.4 按表 1 分取试液并加入铈盐溶液及镧盐溶液于容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液用于测定氧化镁。

表 1

氧化镁含量/%	分取试液体积/mL	铈盐溶液/mL	镧盐溶液/mL	测量时试液体积/mL
0.010~0.062	20	2.5	2.5	25
>0.062~0.125	10	2.5	2.5	25
>0.125~0.250	5	2.5	2.5	25
>0.250~0.625	2	2.5	2.5	25
>0.625~2.50	2	10	10	100

- 6.4.5 按表 2 分取试液于 25 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 铈盐溶液、2.5 mL 镧盐溶液,用水稀释至刻度,混匀。此溶液用于测定氧化钙。

表 2

氧化钙含量/%	分取试液体积/mL
0.050~0.750	20
>0.75~1.50	10
>1.50~3.00	5
>3.00~7.00	2

6.4.6 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零,测量试液中氧化镁的吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的氧化镁浓度。

6.4.7 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 422.6 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零,测量试液中氧化钙的吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的氧化钙浓度。

## 6.5 工作曲线的绘制

### 6.5.1 氧化镁工作曲线的绘制

6.5.1.1 移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 氧化镁标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 锶盐溶液, 10 mL 镧盐溶液,用水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以氧化镁的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

### 6.5.2 氧化钙工作曲线的绘制

6.5.2.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 氧化钙标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 锶盐溶液、10 mL 镧盐溶液,用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 422.6 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以氧化钙的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按下式计算氧化镁的百分含量  $w(\text{MgO})(\%)$  或氧化钙含量  $w(\text{CaO})(\%)$ ：

$$w(\text{MgO}) \text{ 或 } w(\text{CaO})(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中：

$c$ ——自工作曲线上查得的氧化镁或氧化钙的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$V_2$ ——测量时试液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$m_0$ ——试料的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

所得结果表示至两位小数。若氧化镁含量小于 0.10% 时,表示至三位小数。若氧化钙含量小于 0.50% 时,表示至三位小数。

## 8 精密度

## 8.1 重复性条款

$w(\text{MgO})(\%)$ : 0.02 0.15 0.45 1.80

$r(\%)$ : 0.006 0.02 0.05 0.13

$w(\text{CaO})(\%)$ : 0.07 0.58 2.50

$r(\%)$ : 0.02 0.08 0.11

## 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3、表 4 所列允许差。

表 3

%

$w(\text{MgO})$	允许差
0.010~0.050	0.010
>0.050~0.10	0.020
>0.10~0.20	0.04
>0.20~0.50	0.07
>0.50~1.00	0.10
>1.00~2.50	0.20

表 4

%

$w(\text{CaO})$	允许差
0.050~0.200	0.040
>0.200~0.50	0.070
>0.50~1.00	0.10
>1.00~3.00	0.20
>3.00~7.00	0.30

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件

使用 WFX-1D 型原子吸收光谱仪测定氧化镁量或氧化钙量的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1

测定项目	波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/ nm	燃烧器高度/ mm	空气流量/ (L/min)	乙炔流量/ (L/min)
MgO	285.2	1.0	0.4	2	6.0~6.5	0.9
CaO	422.6	1.0	0.4	2	6.0~6.5	0.9