

中华人民共和国国家标准

天青石矿石中钙和镁含量的测定 原子吸收光谱法

Celestite ores—Determination of calcium and magnesium
contents — Atomic absorption spectrometry

UDC 549.761.3
:543.06

GB 9018.4—88

调整为: HG/T 2958.4-1988

1 主题内容与适用范围

本标准规定了原子吸收光谱法测定天青石矿石中的钙、镁含量。

本标准适用于氧化钙、氧化镁含量均小于5%的天青石矿石产品。

2 方法提要

试样经碳酸钠-氢氧化钠熔融,使钙、镁转化为碳酸盐和氢氧化物,分离硫酸根等离子,沉淀用盐酸溶解。加入氯化锶消除共存离子的干扰,在2%盐酸介质中,于原子吸收光谱仪上用空气-乙炔火焰测量钙和镁的吸光度,以标准曲线法计算其含量。

3 试剂和溶液

3.1 无水碳酸钠(GB 639—77);

3.2 碳酸钠:5%溶液;

3.3 氢氧化钠(GB 629—81);

3.4 过氧化钠;

3.5 三乙醇胺:1+4溶液;

3.6 碳酸钠-氢氧化钠洗液:各1%混合;

3.7 盐酸(GB 622—77):1+1溶液;

3.8 盐酸:1+5溶液;

3.9 盐酸:1+9溶液;

3.10 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)(沪Q/HG 22—1085—84):10%溶液。称取168 g氯化锶,加300 mL水加热溶解,冷却,用水稀释至1 000 mL,摇匀(必要时过滤);

3.11 氯化钾(GB 646—77):1%溶液;

3.12 碳酸钙(基准试剂);

3.13 氧化镁(高纯试剂);

3.14 氧化钙标准溶液:200 mg/L。称取1.784 8 g预先干燥的碳酸钙(3.12)于250 mL烧杯中,加20 mL水,逐滴加入盐酸(3.7)至完全溶解,再过量10 mL,加热煮沸,除去二氧化碳,冷却至室温,移入1 000 mL量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

吸取100.0 mL上述溶液于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含200 μg 氧化钙。

3.15 氧化镁标准溶液:100 mg/L。称取1.000 0 g预先在800℃灼烧至恒重的氧化镁(3.13)置于

中华人民共和国化学工业部1988-03-21批准

1988-12-01实施

250 mL 烧杯中,加少许水,加 20 mL 盐酸(3.7),加热至完全溶解。冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

吸取 100.0 mL 上述溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含 100 μg 氧化镁。

4 仪器及工作参数

4.1 原子吸收光谱仪

具有空气-乙炔燃烧器装置。仪器的最低灵敏度至少应使标准系列溶液中最高浓度的标准溶液的吸光度为 0.3。

4.2 工作参数

波长:钙——422.7 nm,镁——285.2 nm。

其他可变条件应调节仪器到最佳工作状态。

5 试样

试样通过 0.075 mm 筛(GB 6003—85),于 105~110℃烘至恒重,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 按表 1 称取试样(称准至 0.000 2 g)于预先铺有 3 g 无水碳酸钠(3.1)的银坩埚中,小心混匀,加少许过氧化钠(3.4),3 g 氢氧化钠(3.3),盖上坩埚盖(留一缝隙),将坩埚置于马弗炉中,由低温慢慢升至 500℃,停留 10 min,继续升至 700~750℃,保持 30~40 min,取出冷却。将坩埚置于盛有 100 mL 碳酸钠溶液(3.2)的 250 mL 烧杯中,加 15 mL 三乙醇胺(3.5),空白试验溶液补加 1.5 mL 氯化锶溶液(3.10)。盖上表面皿,在电热板上加热浸取(微沸 1 h 以上)。用水洗净坩埚〔必要时用 2~3 滴盐酸(3.9)溶解坩埚壁上的残留物〕,用致密滤纸过滤,用碳酸钠-氢氧化钠洗液(3.6)洗涤烧杯 4~5 次,洗沉淀 12 次以上(洗至无硫酸根)。

表 1

预 计 含 量 %		称 样 量 g	吸取试液量 mL	相当试样质量 g	加入盐酸 (3.7)体积 mL
CaO	MgO/mL				
<0.15	<0.15	0.5	200	0.5	4
0.15~0.7	0.15~0.3	0.5	100	0.25	6
>0.7~3.5	>0.3~1.5	0.2	50	0.05	7
>3.5~5	>1.5~5	0.2	20	0.02	8

6.2 漏斗盖上表面皿,用 15 mL 盐酸(3.8)分次溶解滤纸上的沉淀于原烧杯中,用热水〔含数滴盐酸(3.8)〕洗净滤纸。用水稀释溶液至 100 mL,加热煮沸 3~4 min,赶尽二氧化碳。冷却后移入 200 mL 容量瓶中(如果氧化钙、氧化镁含量大于 0.15%时,用水稀释至刻度,摇匀,按表 1 吸取一定体积的试液于 200 mL 容量瓶中)。按表 1 加盐酸(3.7)。

6.3 加 10 mL 氯化锶溶液(3.10),8 mL 氯化钾溶液(3.11),用水稀释至刻度,摇匀。

6.4 调节波长,钙 422.7 nm,镁 285.2 nm,根据仪器说明书,调节仪器的最佳参数,分别测量吸光度。被测试液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度为被测试液的净吸光度。

同时作空白试验。

7 标准曲线的绘制

用微量滴定管量取 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 氧化钙标准溶液 (3.14)，分别置于 7 个 200 mL 容量瓶中。再用微量滴定管量取相同体积的氧化镁标准溶液 (3.15) 对应置于上述 200 mL 容量瓶中，加 8 mL 盐酸 (3.7)，以下按分析步骤 6.3、6.4 条进行。标准系列溶液的吸光度减去试剂空白的吸光度为标准系列溶液的净吸光度。

分别以每毫升标准溶液中所含氧化钙或氧化镁的微克数为横坐标，相应的净吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

注：钙镁标准系列溶液的配制可因仪器而异，对于高灵敏度的仪器，可以使用较稀的标准溶液。

8 分析结果的计算

8.1 氧化钙的百分含量 (X_1) 按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{m_1 \times 200 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——用被测试液的净吸光度从标准曲线上查得氧化钙的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——吸取的试液相当于试样的质量，g。

8.2 氧化镁的百分含量 (X_2) 按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{m_2 \times 200 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_2 ——用被测试液的净吸光度从标准曲线上查得氧化镁的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——吸取的试液相当于试样的质量，g。

9 允许差

同一实验室内测定结果的差值应小于表 2 和表 3 中所示值。

表 2

%

氧 化 钙 (CaO)	允 许 差
<0.20	0.04
0.20~1.00	0.08
>1.00~5.00	0.20

表 3

%

氧 化 镁 (MgO)	允 许 差
<0.20	0.04
0.20~1.00	0.06
>1.00~5.00	0.12

附加说明：

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人许秀兰、王和平、辜丽华。