



中华人民共和国国家标准

GB 8152.1~8152.8—87

铅 精 矿 化 学 分 析 方 法

Methods for chemical analysis of lead concentrates

1987-08-10发布

1988-06-01实施

国 家 标 准 局 发 布

铅精矿化学分析方法

原子吸收分光光度法测定氧化镁量

UDC 622.344.1
:543.06

GB 8152.5—87

Methods for chemical analysis of lead concentrates
The atomic absorption spectrophotometric method
for the determination of magnesium oxide content

本标准适用于铅精矿中氧化镁量的测定。测定范围：0.5%~3.0%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用酸分解，在稀盐酸介质中，于原子吸收分光光度计波长285.2nm处，以空气—乙炔火焰测量氧化镁的吸光度。按标准曲线法计算氧化镁量。

加入一定量的铯盐作释放剂消除硅、铝、铁等元素的干扰。

2 试剂

2.1 盐酸 (ρ 1.19g/ml)。

2.2 盐酸 (1 + 1)。

2.3 硝酸 (ρ 1.42g/ml)。

2.4 氯化铯溶液 (10%)。

2.5 氢氟酸 (ρ 1.15g/ml)。

2.6 高氯酸 (ρ 1.67g/ml)。

2.7 氧化镁标准贮存溶液：将氧化镁（高纯）预先在600℃灼烧1h，置于干燥器中冷至室温。称取1.000g灼烧后的氧化镁于250ml烧杯中，以少量水润湿，加60ml盐酸（2.2），盖上表皿，置于电热板上低温加热至完全溶解，煮沸驱赶氮的氧化物。取下，用水吹洗表皿及杯壁，冷至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1mg氧化镁。

2.8 氧化镁标准溶液：移取10.00ml氧化镁贮存溶液（2.7）于100ml容量瓶中，加入5ml盐酸（2.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100μg氧化镁。

3 仪器

原子吸收分光光度计，备有镁空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计在最佳工作条件下应达到下列指标：

最低灵敏度：工作曲线中所用最高浓度标准溶液的吸光度应不低于0.25。

工作曲线线性：工作曲线所用五个等差浓度标准溶液中，最高与次高浓度标准溶液的吸光度之差，应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液的吸光度差值的0.8倍。

最低稳定性：最高浓度标准溶液与零浓度溶液的吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数，应分别不大于1.5%和0.5%。其百分变异系数的计算见附录A（补充件）。

注：零浓度溶液可用0.20μg/ml氧化镁标准溶液代替。

原子吸收分光光度计工作条件参数见附录B（参考件）。

4 试样

4.1 试样粒度小于0.100mm。

4.2 试样在100~105℃烘1h，置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

氧化镁量，%	试样量，g	分取试液体积，ml
0.50~1.00	0.2000	20.00
>1.00~2.00	0.2000	10.00
>2.00~3.00	0.1000	10.00

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于150ml聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入10ml盐酸(2.1)，盖上表皿，于电热板上缓慢加热溶解5min，加3ml硝酸(2.3)、5~10ml氢氟酸(2.5)、5ml高氯酸(2.6)，蒸发至高氯酸冒白烟，直至近干取下。加入5ml盐酸(2.2)，用水吹洗表皿及杯壁，加热使盐类溶解，取下，冷至室温。

5.3.2 将溶液移入50ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.3.3 按表1分取试液于100ml容量瓶中，加5ml盐酸(2.2)、10ml氯化锶溶液(2.4)，用水稀释至刻度，混匀。

5.3.4 将原子吸收分光光度计燃烧器转至适当角度，于波长285.2nm处，用空气-乙炔火焰，以水调零，测量溶液吸光度，减去试样空白溶液吸光度。从工作曲线上查出相应的氧化镁浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00ml氧化镁标准溶液(2.8)，分别置于一组100ml容量瓶中，加入5ml盐酸(2.2)、10ml氯化锶溶液(2.4)，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.2 与试样测定相同条件下，测量标准溶液吸光度。以氧化镁浓度为横坐标，吸光度(减去试剂空白吸光度)为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算氧化镁的百分含量：

$$\text{MgO}(\%) = \frac{C \cdot V_1 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{V_2 \cdot m} \times 100$$

式中：C——自工作曲线上查得的氧化镁浓度，μg/ml；

V_1 ——试液的体积，ml；

V_2 ——分取试液的体积，ml；

V_3 ——试液分取后的稀释体积，ml；

m ——试样量, g。

分析结果表示到小数点后第二位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

氧 化 镁 量	允 许 差
0.50~1.00	0.15
1.00~2.00	0.20
2.00~3.00	0.25

附 录 A
最低稳定性变异系数的计算
(补充件)

最高浓度标准溶液和零浓度溶液吸光度的百分变异系数计算公式如下:

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (O - \bar{O})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中: S_c ——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数;
 S_o ——零浓度溶液吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的百分变异系数;
 C ——最高浓度标准溶液的吸光度;
 $\bar{C}$ ——最高浓度标准溶液吸光度的平均值;
 O ——零浓度溶液的吸光度;
 $\bar{O}$ ——零浓度溶液吸光度的平均值;
 n ——测量次数。

附录 B
仪器工作条件
(参考件)

WF X-110型原子吸收分光光度计测定氧化镁的工作条件参数:

波 长 nm	灯电流 mA	单色器通带 Å	燃烧器高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
285.2	2	1.65	6	10	1.5

附加说明:

本标准由北京矿冶研究总院技术归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人赵舒眉、章执中。