



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 514.9—2009
代替 YS/T 514.13~514.11 2005

高钛渣、金红石化学分析方法 第9部分：氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、 三氧化二铬和一氧化二钒量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Methods for chemical analysis of high titanium slag and rutile—
Part 9: Determination of calcium oxide, magnesium oxide, manganese monoxide,
phosphorus, chromic oxide and vanadium pentoxide content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

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 钼钼蓝分光光度法；
- 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 9 部分。

本部分代替 YS/T 514.10—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 苯基碳酰二肼光度法测定三氧化二铬量》、YS/T 514.11—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 苯基碳酰肼萃取光度法测定五氧化二钒量》。

本部分与 YS/T 514.10—2006、YS/T 514.11—2006 相比，主要变化如下：

- 采用电感耦合等离子体法(ICP-AES法)同时测定高钛渣、金红石中的氧化钙、氧化镁、氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量；
- 采用钼钼砷砷溶加氢氟酸、高氯酸溶解高钛渣样品；微波消解溶解金红石样品；
- 增加了重复性限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：遵义铝业股份有限公司、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：翟明德、杨学森、向伦强、喻生清、汪军、马玉萍

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

GB/T 4102.10—1983、GB/T 4102.11—1983；

YS/T 514.10—2006、YS/T 514.11—2006

高钛渣、金红石化学分析方法

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

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、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定。

本部分适用于高钛渣、金红石中氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定。测定范围：氧化钙：0.1%～5.0%；氧化镁：0.1%～5.0%；一氧化锰：0.10%～5.0%；磷：0.001%～0.30%；三氧化二铬：0.01%～1.0%；五氧化二钒：0.01%～1.0%。

2 方法提要

高钛渣试样于铂坩埚中用高氯酸溶解，并加入高氯酸根。取下、稍冷后加盐酸溶解盐类。金红石试样于消解罐中用高氯酸、氢氟酸、硝酸、过氧化氢等稀释至一定体积。在一定条件下，用电感耦合等离子体发射光谱仪所推荐的分析波长（Ca 445.47 nm、Mg 789.01 nm、Mn 279.48 nm、P 213.61 nm、Cr 267.71 nm、V 205.01 nm）等元素的发射强度，按工作曲线法计算试样中氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒的量，以质量分数表示测定结果。

3 试剂

除非另有说明，本分析中仅用分析纯的试剂或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 氢氟酸(ρ 约1.10 g/mL)。
- 3.2 高氯酸(ρ 约1.68 g/mL)。
- 3.3 盐酸(ρ 约1.19 g/mL)。
- 3.4 硝酸(ρ 约1.42 g/mL)。
- 3.5 硫酸(1:1)。
- 3.6 氢氧化钠溶液(100 g/L)。
- 3.7 盐酸(1:1)。
- 3.8 钙标准贮存溶液：称取0.249 7 g 碳酸钙(CaR，预先在105℃烘1 h后冷却至室温)置于300 mL 烧杯中，加水20 mL，滴加盐酸(3.3)至完全溶解，再过量10 mL，煮沸除去CO₂，冷却后移入100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含1.0 mg 钙。
- 3.9 镁标准贮存溶液：称取0.100 0 g 镁(质量分数≥99.99%)，用20 mL 盐酸(3.7)溶解，移入100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含1.0 mg 镁。
- 3.10 锰标准贮存溶液：称取0.100 0 g 金属锰(质量分数≥99.99%)，用50 mL 硫酸(3.5)溶解，移入100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含1.0 mg 锰。
- 3.11 磷标准贮存溶液：称取0.439 37 g 基准试剂磷酸二氢钾(预先在105℃～110℃烘2 h，并置于干燥器中冷却至室温)，置于200 mL 烧杯中，加水溶解后，移入100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含1.0 mg 磷。
- 3.12 铬标准贮存溶液：称取0.282 9 g 基准试剂重铬酸钾(预先在150℃烘1 h，并称重)，以水溶解后移入100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含1.0 mg 铬。

3.13 钒标准贮存溶液:称取 0.178 5 g 预先在 105℃ 烘 1 h 的氧化钒(质量分数≥99.99%),置于 200 mL 烧杯中,加入 8 mL~10 mL 氢氧化钠溶液(3.6),加热溶解,加入 5 mL 硫酸(3.5),移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钒。

3.14 混合标准溶液:分别移取 25.00 mL 钙、镁、锰、钒、铬标准贮存溶液,2.5 mL 磷标准贮存溶液,置于 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.7),用水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 10 μg 磷,100 μg 钙、镁、锰、钒、铬。

4 仪器设备

4.1 微波消解罐。

4.2 电感耦合等离子体发射光谱仪,配备耐氢氟酸进样系统。

仪器分辨率:200 nm 处小于 0.007 nm;

推荐的分析线见表 1;

在基体存在下求出检出限及测定下限,其值应小于 0.01 mg/L,列数值;

仪器的短期稳定性:被测元素最大质量浓度溶液连续测定 5 次,其发射光绝对强度的相对标准偏差应小于 0.8%;

工作曲线的线性,其相关系数应大于 0.999。

表 1

元 素	分析线/nm	检出限/(mg/L)	测定下限/(mg/L)
Ca	317.943	0.005	0.020
Mg	285.213	0.005	0.15
Mn	257.610	0.005	0.12
V	309.311	0.005	0.11
Cr	283.563	0.005	0.11
P	178.287	0.005	0.010
	313.618	0.005	0.012

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 90 μm。

5.2 试样需预先在 105℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

做 2 份试料的平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 分析试液的制备

6.4.1 将高钒试料(6.1)置于铂金坩埚中,加入 1 mL~2 mL 氢氟酸(3.1),5 mL~6 mL 高氯酸(3.2)。置于砂浴上加热至冒浓厚白烟后取下(注意防止样品溶液变浑浊),冷却,加入 10 mL 盐酸(3.7)于砂浴上溶解盐类,煮沸后取下冷却至室温。将溶液移入 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,

混匀。

6.4.2 将金红石试料(6.1)置于微波消解罐中,加入5 mL 氢氟酸(3.1)、5 mL 硝酸(3.4),轻轻摇动消解罐,使试剂与试料充分混合,在设定程序下进行消解,待试料完全消解后,将溶液移入100 mL 聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.5 标准溶液的制备

分别移取0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL 混合标准溶液(3.14)到100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此标准系列溶液1 mL 分别含磷0 μg 、0.2 μg 、0.5 μg 、1.0 μg 、2.5 μg 、含钙、铁、钛、锆、钨0 μg 、2.0 μg 、5.0 μg 、10 μg 、25 μg 。

6.6 测定

6.6.1 测定条件

等离子体光源:入射功率1.15 kW;

氩气流量:冷却气流量11 L/min;

载气流量1 L/min;

观测高度:线圈上方15 mm。

6.6.2 测量

6.6.2.1 仪器优化后,按表1所示推荐的分析线,由低到高测量绘制1.倍浓度的标准系列溶液中被测元素的发射光强度,减去零浓度溶液的强度即为净强度。分别以被测元素的质量浓度为横坐标,分析线发射光净强度为纵坐标,计算机自动绘制工作曲线。

6.6.2.2 测量试料溶液和空白溶液中被测元素的发射光强度。

6.6.3 结果计算

根据试料溶液的强度值,计算机自动由工作曲线计算出被测元素的 I_{a} ,乘以对应的换算系数,即得氧化物的量。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得。

表 2

氧化钨的质量分数/%	0.30	0.61	1.01
重复性(r)/%	0.01	0.02	0.036
氧化钼的质量分数/%	0.25	0.50	1.33
重复性(r)/%	0.006	0.008	0.025
氧化铌的质量分数/%	0.15	0.18	0.02
重复性(r)/%	0.001	0.002	0.002
钨的质量分数/%	0.002 5	0.005	0.01
重复性(r)/%	0.002	0.003	0.005
氧化二钨的质量分数/%	0.019	0.22	0.41
重复性(r)/%	0.003	0.004	0.006
氧化二钼的质量分数/%	0.029	0.039	0.038
重复性(r)/%	0.002	0.003	0.002

YS/T 514.9—2009

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

成 分	测定范围/%	允许差/%
二氧化锰	0.10 ~ 0.50	0.050
	0.50 ~ 1.00	0.20
	1.00 ~ 5.00	0.30
磷	0.001 0 ~ 0.005 0	0.004
	0.005 0 ~ 0.020	0.008
	0.020 ~ 0.050	0.012
	0.050 ~ 0.10	0.020
	0.10 ~ 0.30	0.030
	0.30 ~ 0.50	0.04
氧化钙/氧化镁	0.20 ~ 1.00	0.07
	1.00 ~ 5.00	0.10
	5.00 ~ 10.00	0.12
五氧化二铁/三氧化二铬	0.05 ~ 0.20	0.014
	0.20 ~ 0.50	0.06
	0.50 ~ 1.00	0.08
	1.00 ~ 1.50	0.10

8 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。



YS/T 514.9-2009

版权专有 侵权必究

书号: 155066 · 2 2008

定价: 14.00 元

发布日期: 2010年7月27日 13:19