

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 514.9—2009 代替 YS/T 514.10~514.11—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

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

中华人民共和国有色金属 行业标准 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

YS/T 514.9—2009

*

中国标准出版社出版发行 北京复兴门外三里河北街16号 邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn电话:68523946 68517548中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字 2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

书号: 155066・2-20588

如有印装差错 由本社发行中心调换 版权专有 侵权必究 举报电话:(010)68533533

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 锑钼蓝分光光度法;
- ——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 二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 苯甲酰苯胲萃取光度法测定五氧化二钒量》。

本部分与 YS/T 514.10~514.11—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;
- ——采用铂坩埚砂浴加氢氟酸、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:遵义钛业股份有限公司、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:瞿昕薇、杨学新、向伦强、喻生洁、庄军、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: $0.10\% \sim 5.0\%$;氧化镁: $0.10\% \sim 5.0\%$;一氧化锰: $0.10\% \sim 5.0\%$;磷: $0.001\% \sim 0.30\%$;三氧化二铬: $0.01\% \sim 1.5\%$;五氧化二钒: $0.01\% \sim 1.5\%$ 。

2 方法提要

高钛渣试料于铂坩埚中用高氯酸、氢氟酸溶解,并加热至冒浓厚高氯酸烟。取下、稍冷后加盐酸溶解盐类。金红石试料于消解罐中用硝酸、氢氟酸溶解,稀释至一定体积。在一定条件下,用电感耦合等离子发射光谱仪,于所推荐的分析线波长处测量 Ca、Mg、Mn、P、Cr、V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,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 氢氟酸(ρ约1.15 g/mL)。
- 3.2 高氯酸(ρ约1.76 g/mL)。
- 3.3 盐酸(ρ约1.19 g/mL)。
- **3.4** 硝酸(ρ约1.40 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 7g 碳酸钙(GR,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 CO_2 ,冷却后移人 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 2 3.0 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 $105~C\sim110~C$ $\ \, L~2~h$,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,并称至恒重),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。