



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(ρ 1.19 g/mL)。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

3.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 铈盐溶液：称取 50 g 二氧化铈于 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 二氧化铈。

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 μ 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 μ 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。