

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 254.6—2011
代替 YS/T 254.6—1994

铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and beryl—
Part 6: Determination of calcium oxide content—
Flame atomic absorption spectrometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》分为七个部分：

- 第 1 部分：氧化铍量的测定 磷酸盐重量法；
- 第 2 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法；
- 第 3 部分：磷量的测定 磷钼钒酸分光光度法；
- 第 4 部分：氧化锂量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：水分量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 254 的第 6 部分。

本部分代替 YS/T 254.6—1994《铍精矿-绿柱石化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙量》(原 GB/T 5870.6—1986)。

本部分与 YS/T 254.6—1994 相比主要变化如下：

- 将“加入镧-铈混合溶液”改为“加入镧溶液”；
- 增加了重复性条款；
- 对文本格式进行了重新编辑，增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：新疆有色金属研究所、湖南有色金属研究院、新疆阿拉山口出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：关玉珍、徐军、王宏川、庞文林、黄平、吕小华、张兴德。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5870.6—1986、YS/T 254.6—1994。

铍精矿、绿柱石化学分析方法

第6部分：氧化钙量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 254 的本部分规定了铍精矿、绿柱石中氧化钙含量的测定方法。

本部分适用于铍精矿、绿柱石中氧化钙的测定。测定范围为 0.05%~2.00%。

2 方法提要

试料用氟化氢铵-氢氟酸分解,加高氯酸冒烟除氟后,在盐酸介质中,加入镧释放剂,于原子吸收光谱波长 422.7 nm 处,以空气-乙炔火焰进行氧化钙的测定。

3 试剂

3.1 氟化氢铵。

3.2 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

3.4 盐酸溶液(1+1)优级纯。

3.5 镧溶液:称取 29.3 g 氧化镧(La_2O_3)(高纯级),置于 250 mL 烧杯中,搅拌下缓慢加入盐酸溶液(3.4)至氧化镧溶解,加热煮沸清亮,冷却至室温,将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.6 氧化钙标准贮存溶液:称取 1.785 0 g 预先在 300 °C~400 °C 灼烧 1.5 h 并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙[$w(\text{CaCO}_3) \geq 99.9\%$],置于 250 mL 烧杯中。加入 100 mL 水,盖上表皿,从杯嘴慢慢加入 30 mL 盐酸溶液(3.4),加热至碳酸钙全部溶解,煮沸驱除二氧化碳,冷却至室温,用水吹洗表皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 相当于 1 000 μg 氧化钙。

3.7 氧化钙标准溶液:移取 100.00 mL 氧化钙标准贮存溶液(3.6),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 相当于 100 μg 氧化钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。

在仪器最佳条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测定溶液的基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之