

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 509.8—2008
代替 YS/T 509.9—2006

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of spodumene and lepidolite concentrates—
Determination of calcium oxide and magnesium oxide content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 509《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法》共有 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锂、氧化钠和氧化钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：氧化铷和氧化铯量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：三氧化二铝量的测定 EDTA 络合滴定法；
- 第 5 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 络合滴定法、邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 6 部分：五氧化二磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：氧化铍量的测定 铬天青 S-CTMAB 分光光度法；
- 第 8 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：一氧化锰量的测定 过硫酸盐氧化分光光度法；
- 第 11 部分：烧失量的测定 重量法。

本部分为第 8 部分。

本部分代替 YS/T 509.9—2006《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化钙、氧化镁量》(原 GB/T 3885.9—1983)。

本部分与 YS/T 509.9—2006 相比主要有如下变动：

- 对文本格式进行了重新编辑；
- 补充了质量保证和控制条款，增加了重复性条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由新疆有色金属研究所负责起草。

本部分由建中化工总公司、新疆锂盐厂参加起草。

本部分主要起草人：关玉珍、王宏川、支红军、陈先安、黄国器。

本部分主要验证人：许莲英、季娟娟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3885.9—1983、YS/T 509.9—2006。

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法

氧化钙、氧化镁量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锂辉石、锂云母精矿中氧化钙、氧化镁含量的测定方法。

本部分适用于锂辉石、锂云母精矿中氧化钙、氧化镁含量的测定。测定范围:0.10%~3.00%。

2 方法提要

试料用氢氟酸、高氯酸、盐酸分解。在盐酸介质中,加入镧、锶释放剂,于原子吸收光谱仪波长422.7 nm和285.2 nm处,以空气-乙炔(或一氧化二氮-乙炔)富燃火焰分别进行氧化钙、氧化镁的测定。

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与其纯度相当的水。

3.1 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 镧溶液:称取40.11 g氯化镧($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),置于250 mL烧杯中,用水溶解。溶液浑浊时滴加几滴盐酸(3.3),或加热使其清亮。将溶液移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含30 mg镧。

3.5 锶溶液:称取15.2 g氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),置于250 mL烧杯中,用水溶解。移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 mg锶。

3.6 氧化钙标准贮存溶液:称取1.785 0 g预先在300℃~400℃灼烧1.5 h并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙(99.9%以上),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(3.3),加热至碳酸钙全部溶解,煮沸驱除二氧化碳,冷至室温,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含1.0 mg氧化钙。

3.7 氧化镁标准贮存溶液:称取1.000 0 g预先在700℃灼烧1.5 h并置于干燥器中冷却至室温的氧化镁(99.9%以上),置于250 mL烧杯中,盖上表皿,从杯嘴慢慢加入30 mL盐酸(3.3),加热溶解,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含1.0 mg氧化镁。

3.8 氧化钙、氧化镁混合标准溶液:移取50.00 mL氧化钙标准贮存溶液(3.6)、25.00 mL氧化镁标准贮存溶液(3.7),置于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 氧化钙和50 μg 氧化镁。

4 仪器

原子吸收光谱仪:附有空气-乙炔燃烧器(或一氧化二氮-乙炔燃烧器)及钙、镁空心阴极灯。

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、镁的特征浓度应分别不大于0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.003 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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%;