



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.13—2017
代替 GB/T 1819.13—2004

锡精矿化学分析方法 第 13 部分：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—
Part 13: Determination of magnesium oxide content, calcium oxide content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2017-09-29 发布

2018-04-01 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

GB/T 1819《锡精矿化学分析方法》分为 21 个部分：

- 第 1 部分：水分的测定 热干燥法；
- 第 2 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂ EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷铈钼蓝分光光度法和碘滴定法；
- 第 6 部分：铋量的测定 孔雀绿分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铊量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 10 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法和碘酸钾滴定法；
- 第 11 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 12 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氢氧化钠滴定法；
- 第 13 部分：氧化镁、氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 16 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：钙、镁、铜、铅、锌、砷、铋、铊、银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 1819 的第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 1819.13—2004《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》。本部分与 GB/T 1819.13—2004 相比，主要有如下变动：

- 将氧化镁的测定上限由原来的“2.00%”修改为“3.50%”；氧化钙的测定上限由原来的“7.00%”修改为“15.00%”；
- 氧化钙标准溶液配制浓度由原来的“6.00 μg/mL”修改为“10.00 μg/mL”；
- 对精密度部分进行修改；
- 增加试验报告条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业股份有限公司。

本部分参加起草单位：云南锡业集团(控股)有限责任公司、广东省工业分析测试中心、西北有色金属研究院、天津出入境检验检疫局化矿金属材料检测中心。

GB/T 1819.13—2017

本部分主要起草人：苏爱萍、黄劲松、张永进、许洁瑜、张云、周恺、孙宝莲、魏秉炎、周瑞鑫、张联社、施平、张天姣、董岐、吴柳琼、胡德新。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 1819.13—2004；

——GB/T 1832—1979；

——GB/T 1833—1979。

锡精矿化学分析方法

第 13 部分：氧化镁、氧化钙量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 1819 的本部分规定了锡精矿中氧化镁、氧化钙量的测定方法。

本部分适用于锡精矿中氧化镁、氧化钙量的测定。测定范围：氧化镁 0.010%~3.50%；氧化钙 0.050%~15.00%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸分解，在稀盐酸介质中，用氯化铯、氯化镧抑制干扰元素，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

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和一级水。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 氢氟酸($\rho=1.13$ g/mL)。

3.4 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 氯化铯溶液(50 g/L)：称取 50 g 二氯化铯($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)于 250 mL 烧杯中，用水溶解完全后移入 1000 mL 容量瓶中，加入 200 mL 盐酸(3.1)，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

3.7 氯化镧溶液(50 g/L)：称取 50 g 三氧化二镧($w_{\text{La}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，缓慢加入 90 mL 盐酸(3.1)，低温加热溶解完全，取下，冷却至室温。移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.8 氧化镁标准贮存溶液：称取 0.250 0 g 氧化镁($w_{\text{MgO}} \geq 99.99\%$)，预先在 800 °C 灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温，置于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入 5 mL 盐酸(3.5)，盖上表面皿，微热溶解完全，取下冷却，用水吹洗表面皿及杯壁，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 250 μg 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(3.8)置于 500 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 氧化镁。

3.10 氧化钙标准贮存溶液：称取 0.892 4 g 碳酸钙($w_{\text{CaCO}_3} \geq 99.99\%$)，预先在 120 °C 烘干，置于干燥器中冷却至室温，置于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入 15 mL 盐酸(3.5)，盖上表面皿，微热溶解完全，取下冷却，用水吹洗表面皿及杯壁，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含