

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 555.7—2009
代替 YS/T 555.7—2006

钼精矿化学分析方法 氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum concentrate—
Determination of calcium oxide content—
Flame atomic absorption spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 555《钼精矿化学分析方法》包括 11 个部分：

- YS/T 555.1 钼精矿化学分析方法 钼量的测定 钼酸铅重量法
- YS/T 555.2 钼精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法
- YS/T 555.3 钼精矿化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法和 DDTC-Ag 光度法
- YS/T 555.4 钼精矿化学分析方法 锡量的测定 原子荧光光谱法
- YS/T 555.5 钼精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼蓝分光光度法
- YS/T 555.6 钼精矿化学分析方法 铜、铅、铋、锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.7 钼精矿化学分析方法 氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.8 钼精矿化学分析方法 钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- YS/T 555.9 钼精矿化学分析方法 钾量和钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.10 钼精矿化学分析方法 铈量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- YS/T 555.11 钼精矿化学分析方法 油和水分总含量的测定 重量法

本部分为第 7 部分。

本部分代替 YS/T 555.7—2006《钼精矿化学分析方法 钙量的测定》(原 GB/T 15079.7—1994)。

本部分与 YS/T 555.7—2006 相比主要变化如下：

- 钙量的测定修订为氧化钙量的测定；
- 增加了钼基体干扰的消除方法；
- 增加了精密度条款；
- 对文本格式进行了修改，补充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提出并归口。

本部分负责起草单位：金堆城钼业集团有限公司、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：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、江西铜业公司(德兴)矿山新技术开发有限公司。

本部分主要起草人：路庆祥、赵煜、王郭亮、张江峰、程景峰。

本部分主要验证人：田永红、束斌强、李红军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15079.7—1994；
- YS/T 555.7—2006。

钼精矿化学分析方法

氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了钼精矿中氧化钙含量的测定方法。

本部分适用于钼精矿中氧化钙含量的测定。测定范围:0.08%~4.80%。

2 方法提要

试样先于 500 °C 马弗炉内灼烧除去大量的硫、碳、油分,再用酸分解。在适宜的盐酸介质中,以铯盐和镧盐作释放剂,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,测定氧化钙的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

3.4 高氯酸(ρ 1.68 g/mL),优级纯。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 氯化铯和氯化镧混合溶液:称取 10 g 光谱纯氯化铯($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)和 20 g 光谱纯氯化镧,置于 400 mL 烧杯中,加入少量水,加热溶解后,冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.7 氧化钙标准溶液:称取 0.178 5 g 预先在 105 °C 烘干 1 h 并已于干燥器内冷却至室温的碳酸钙(基准试剂),置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 10 mL 盐酸(3.5)低温加热溶解完全,冷却,移入 1 000 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。贮存于塑料瓶中。

3.8 钼基体溶液(5 mg/mL):称取 0.750 0 g 高纯试剂三氧化钼于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 水和 1 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL,优级纯),加热溶解后,煮沸 5 min,冷却,移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——精密度的最低要求:测量最高标准溶液的吸光度 10 次,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%。测量最低标准溶液(不是“零”标准溶液)的吸光度 10 次,其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——特征浓度:在与测定试液的基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——标准曲线线性:标准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比不应小于 0.7。

5 试样

试样应预先脱去油和水,其粒度应小于 0.090 mm。试样应在 100 °C~105 °C 烘 1 h 后,置于干