

国家市场监督管理总局

 中 国 国 家 标 准 化 管 理 委 员 会 发布

202×-××-××实施

202×-××-××发布

铅精矿化学分析方法

第 XX 部分： 氧化钙含量的测定

原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lead concentrates

Part XX Determination of Calcium oxide content

- Atomic absorption spectrometric method

 (预审稿)

中华人民共和国国家标准

ICS 73.060.99

CCS D 42

GB/T 8152.XX-202X

**前　言**

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为GB/T8152《铅精矿化学分析方法》的第XX部分，GB/T8152《铅精矿化学分析方法》已经发布了以下部分：

──第1部分：铅量的测定 酸溶解-EDTA滴定法；

──第2部分：铅量的测定 硫酸铅沉淀-EDTA返滴定法；

──第3部分：三氧化二铝量的测定 铬天青S分光光度法；

──第4部分：锌量的测定 EDTA滴定法；

──第5部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；

 ──第6部分：极谱法测定铋量；

──第7部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

──第8部分：二硫代二安替比林甲烷分光光度法测定铋量；

──第9部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

──第10部分：银量和金量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；

──第11部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；

──第12部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；；

──第13部分：铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体-原子发射

光谱法；

──第14部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法；

──第15部分：可溶性铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

──第XX部分： 氧化钙含量的测定 原子吸收光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本文件起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、湖南有色金属研究院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、铜陵有色金属控股集团有限公司、陕西东岭冶炼有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、中华人民共和国深圳海关、中色桂林矿产地质研究院有限公司、北矿检测技术有限公司、贵州省分析测试研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿。

 本文件主要起草人：于亮、王军、王晶、 …、张雪莲 、刘娟、… **、**…、韩芳 蒙丽娟、吴雪英、叶玲玲、梁海敏、…、孙海峰、…、唐荣盛、韩晓、周元敬、谢喜、唐萍、梁俊生、苟光芬。

铅精矿化学分析方法

第 XX 部分：氧化钙含量的测定

原子吸收光谱法

1. 范围

本文件规定了铅精矿中氧化钙含量的测定方法。

本文件适用于铅精矿中氧化钙含量的测定。测定范围为：0.50%～5.00%。

2 规范性引用文件

 下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸溶解，在稀盐酸介质中，加入一定量的氯化锶抑制干扰元素，使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长422.7nm 处，测量钙的吸光度，以工作曲线法计算氧化钙含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水及以上纯度的水。

5.1 氢氟酸（*ρ=*1.15g/mL）。

5.2 盐酸 (*ρ=*1.19g/mL) 。

5.3 硝酸 (*ρ=*1.42g/mL)。

5.4 氢溴酸（*ρ=*1.50g/mL）。

5.5 高氯酸（*ρ=*1.76g/mL）。

5.6盐酸 (1+1) 。

5.7 锶溶液（20g/L）：称取30.43g氯化锶（SrCl2·6H2O）于250mL烧杯中，用水溶解后，转移至500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.8 铅基体溶液：称取1.000g金属铅（ωPb≥99.99%）于100mL烧杯中，加入10ml硝酸（5.3），盖上表皿，加热至完全溶解，煮沸除去氮的氧化物，取下冷却，转移至100mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.9 氧化钙标准贮存溶液：称取1.7849g碳酸钙（基准试剂，预先在105℃~110℃烘干1h，置于干燥器中冷却至室温）于250mL烧杯中，加少量水润湿，加入40mL盐酸（5.6）溶解完全后，转移至1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钙。

5.10氧化钙标准溶液：移取20.00mL氧化钙标准贮存溶液（5.9）于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含200μg氧化钙。

6 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：

——特征浓度：在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中，氧化钙的特征浓度应不大于0.20μg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0% ；用最低浓度的标准溶液（不是“零”标准溶液）测量11次吸光度，其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光度的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比应不小于0.8。

7　样品

7.1 样品的粒度应不大于100μm；

7.2 样品应预先在 100℃±5℃烘箱中烘1 h，置于干燥器中冷至室温。

8　试验步骤

8.1　试料

称取0.20g试样，精确至0.0001g。

8.2　平行试验

平行做两份试验。

8.3　空白试验

随同试料做空白试验。

8.4　测定

8.4.1　将试料（8.1）置于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入少量水润湿，加入10mL盐酸（5.2），置于电热板上低温加热5min，加入10mL硝酸（5.3），5mL～10mL氢氟酸（5.1），加热蒸至体积约10mL，加入5mL高氯酸（5.5），继续加热溶解，蒸至高氯酸冒白烟（如含碳高，补加5 mL高氯酸（5.5）），蒸至近干，取下冷却。加入4 mL盐酸（5.6），用水冲洗杯壁，加热使盐类完全溶解，取下冷却至室温。将溶液转移至100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置。

注：如样品中锑含量高，加入10mL硝酸（5.3），可加入10mL氢溴酸（5.4）。

8.4.2　分取上清液10.00mL并补加3mL盐酸（5.6）于100mL容量瓶中，加入5mL锶溶液（5.7），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3将试液（8.4.2）于火焰原子吸收光谱仪波长422.7nm处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，与系列标准溶液同时测量溶液吸光度，减去随同试料的空白溶液吸光度，从工作曲线上查出相应的氧化钙的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1　移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL氧化钙标准溶液(5.10)分别置于一组100mL容量瓶中，加入4mL盐酸(5.6)，加入1.5ml铅基体溶液（5.8），5mL锶溶液（5.7），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2　与试料相同条件下，以水调零，测量溶液吸光度，减去“零”浓度溶液的吸光度，以氧化钙浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 试验数据处理

氧化钙的含量以质量分数ωCaO计，按式(1)计算：

ω *CaO=*$\frac{(ρ-ρ\_{0})⋅V\_{0}⋅V\_{2}×10^{-6}}{m⋅V\_{1}}×100$*%*$\frac{(ρ1-ρ0)∙V1∙V3×10^{-6}}{m∙V2}$…………………………………………(1)

式中：

**——自工作曲线上查得的试料溶液的氧化钙质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

——自工作曲线上查得的空白溶液的氧化钙质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

*V0*——试液总体积，单位为毫升(mL)；

*V2*——分取试液稀释后的体积，单位为毫升(mL)；

*m*——试料的质量，单位为克(g)；

*V1—*—分取试液的体积，单位为毫升(mL)；

计算结果表示至小数点后二位，数值修约按照GB/T8170规定执行。

10 精密度

* 1. 10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 r，超过重复性限 r 的情况不超过5%，重复性限 r 按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| ωCaO／% | 0.54  | 0.98  | 1.94  | 3.34 | 5.13  |
| r／% | 0.07 | 0.09 | 0.13 | 0.20 | 0.22 |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 R，超过再现性限R 的情况不超过5%，再现性限R 按表3数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| ωCaO／% | 0.54  | 0.98  | 1.94 | 3.34 | 5.13  |
| R／% | 0.09 | 0.15 | 0.21 | 0.25 | 0.32 |

* 1. 11 试验报告

 试验报告至少应给出以下几个方面的内容

──样品；

──使用的标准编号；

──分析结果及其表示；

──与基本试验步骤的差异；

──测定中观察到的异常现象；

──试验日期。