

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 254.8 -20XX

铍精矿、绿柱石化学分析方法

第8部分：氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、 磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and
beryl—Part 8:Determination of beryllium oxide、calcium oxide、
ferric oxide、phosphorus content—Inductively coupled plasma
atomic emission spectrometry

(送审稿)

20×× - ×× - ××发布

20×× - ×× - ××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《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。

本文件是 YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》的第8部分。YS/T 254 已经发布了以下部分：

- 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。
- 第8部分：氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件起草单位：新疆有色金属研究所、五矿铍业股份有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、富蕴恒盛铍业有限责任公司。

本部分主要起草人：

引言

铍精矿、绿柱石主要生产工业氧化铍、铍铜合金、高纯氧化铍、金属铍等。我国已形成铍采选冶炼加工的完整体系。YS/T 254.8旨在通过实验研究增加电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、五氧化二磷的分析方法。

YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》分为以下部分：

- 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；
- 第8部分：氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件的制定为铍精矿、绿柱石中氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷含量的测定提供了重要依据，对于提高检测结果的可靠性和检测速度，对提高铍精矿、绿柱石产品质量，扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。

铍精矿、绿柱石化学分析方法

第8部分：氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——铍具有全身性的毒性作用。本文件并未指出所有可能出现的安全问题。使用本文件的人员应有正规实验室工作的经验。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合有关国家法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了铍精矿、绿柱石中氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷含量的测定方法。

本文件适用于铍精矿、绿柱石中氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷含量的测定。测定范围：氧化铍 3.50%~14.00%，三氧化二铁 0.50%~10.00%，氧化钙 0.05%~4.00%，磷 0.010%~2.00%。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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 原理

4.1 试料用氟化氢铵-氢氟酸分解，加硝酸、硫酸冒烟除氟后，在盐酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱法进行氧化铍、三氧化二铁含量的测定。

4.2 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，于电感耦合等离子体原子发射光谱法进行氧化钙、磷的测定。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级。

5.2 氟化氢铵。

5.3 硫酸（1+1）。

5.4 氢氟酸（ $\rho=1.13\text{g/mL}$ ）。

5.5 硝酸（ $\rho=1.42\text{g/mL}$ ）。

5.6 盐酸（1+1）。

5.7 高氯酸（ $\rho=1.67\text{g/mL}$ ）。

5.8 氧化铍标准贮存溶液：称取 0.1000g 预先在 105℃~110℃烘 2h 并置于干燥器中冷却至室温的氧化铍 [w(BeO)≥99.9%]，置于铂皿中，加入 3mL 硫酸（5.3）、10mL 氢氟酸（5.4），在砂浴上加热溶解，蒸至冒三氧化硫白烟 5min~10min，冷至室温，加少量水使之溶解，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 相当于 100 μg 氧化铍。

5.9 三氧化二铁标准贮存溶液：称取 0.1000g 预先在 105℃~110℃烘 2h 并置于干燥器中冷却至室温的三氧化二铁 [w(Fe₂O₃)≥99.9%]，置于 250mL 烧杯中，加入 20mL 盐酸（5.6），盖上表皿，低温加热至完全溶解，取下，冷至室温，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 相当于 100 μg 三氧化二铁。

5.10 氧化钙标准贮存溶液：称取 0.1785g 预先在 300℃~400℃灼烧 1.5h 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 250mL 烧杯中。加入 100mL 水，盖上表皿，从杯嘴慢慢加入 30mL 盐酸（5.6），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 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 相当于 100 μg 氧化钙。

5.11 磷标准贮存溶液：称取 0.2197g 预先在 105℃~110℃烘 2h 并置于干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾 [$w(\text{KH}_2\text{P}_2\text{O}_4) \geq 99.9\%$]，置于 250mL 烧杯中，加水溶解，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，混匀。此溶液 1mL 相当于 100 μg 磷。

5.12 氩气（体积分数 $\geq 99.99\%$ ）。

6 仪器设备

电感耦合等离子发射光谱仪：倒数线色散率不大于 0.26nm/mm（一级光谱）。观测方式：轴向。各元素分析线见表 1。

表 1 测定元素分析线

元素	检测波长/nm
Be	313.042
Fe	259.940
Ca	393.366
P	177.495

7 样品

7.1 铍精矿、绿柱石样品应通过筛孔为 0.074mm 的筛网。

7.2 样品预先在 105℃~110℃烘干 2h，置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.100g 试样，精确至 0.0001g。

8.2 平行试验

独立进行两次测定，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 氧化铍、三氧化二铁的测定

8.4.1.1 将试料（8.1）置于 50mL 铂皿中，加入 3g 氟化氢铵（5.2），5mL 氢氟酸（5.4），置于沙浴上缓慢加热分解，并蒸干将氟化氢铵赶走，取下，冷却。视试料分解情况，必要时再加 2g 氟化氢铵（5.2），5mL 氢氟酸（5.4）处理一次。

8.4.1.2 用少量水吹洗铂皿壁，加入 1mL 硝酸（5.5），2mL 硫酸（5.3），置于沙浴上蒸至冒浓的白烟，冷却，用少量水吹洗铂皿壁，冷却。

8.4.1.3 加入约 25mL 水，低温加热，使盐类完全溶解，溶液清亮后，取下，冷却至室温。

8.4.1.4 将溶液移入 100mL 容量瓶中，加入 1mL 盐酸（5.6）用水稀释至刻度，混匀。

8.4.1.5 氧化铍、三氧化二铁含量 $> 1.0\%$ 时，移取溶液（8.4.1.4）10.00mL，置于 100mL 容量瓶中，加入 1mL 盐酸（5.6）、用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 氧化钙、磷的测定

8.4.2.1 将试料（2.6.1）置于 50mL 铂皿中，加入 2g 氟化氢铵（5.2），5mL 氢氟酸（5.4），置于沙浴上缓慢加热分解，并蒸干将氟化氢铵赶走，取下，冷却。

8.4.2.2 加入 2mL 盐酸 (5.6)，用少量水吹洗铂皿壁，加入 5mL 高氯酸 (5.7)，置于沙浴上蒸至冒浓的高氯酸白烟，用少量水吹洗铂皿壁，置于沙浴上蒸至高氯酸白烟冒尽，取下，冷却。

8.4.2.3 加入 2mL 盐酸 (5.6) 置于沙浴上蒸干。取下，冷却。加入 2mL 盐酸 (5.6)，约 25mL 水，置于砂浴上加热，使盐类完全溶解，溶液清亮后，取下，冷却至室温。

8.4.2.4 将溶液移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2.5 氧化钙、磷含量 > 1.0% 时，移取溶液 (8.4.2.4) 10.00mL，置于 50mL 容量瓶中，加入 0.5mL 盐酸 (5.6)、用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 采用电感耦合等离子体发射光谱仪，在选定的最佳仪器工作条件下，按选定的各元素的波长，测定各元素发射强度，减去试剂空白试验溶液的强度，在工作曲线上计算各元素的含量，工作曲线线性大于 99.95%。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取 0mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 氧化铍标准溶液 (5.8)、三氧化二铁标准溶液 (5.9)、氧化钙标准溶液 (5.10)、磷标准贮存溶液 (5.11)，分别置于一组 100mL 容量瓶中，加入 1.0mL 盐酸 (5.6) 用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 将标准系列溶液在电感耦合等离子体发射光谱仪上，按表 1 测定氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷的发射强度。以氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 实验数据处理

被测元素的含量以被测元素的质量分数 w_x 计，按式 (1) 计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_x ——自工作曲线上计算得到试液中氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_0 ——自工作曲线上计算得到空白试液中氧化铍、三氧化二铁、氧化钙、磷的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

m ——试料质量，单位为克 (g)；

V_0 ——试液的总体积，单位为毫升 (mL)；

V_1 ——测试试液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——移取试液的体积，单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后两位或三位。数字修约按 GB/8170 执行。

10 精密度

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，这两次测试结果的绝对差值不超过重复性 (r)，超过重复性 (r) 情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4 重复性限

$w_{\text{BeO}}/\%$	5.43	8.13	9.67
$r/\%$	0.26	0.32	0.33
$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}/\%$	1.33	5.16	8.53
$r/\%$	0.12	0.26	0.27
$w_{\text{CaO}}/\%$	1.02	1.12	1.70

$r/\%$	0.10	0.11	0.14
$w_p/\%$	0.031	0.070	0.319
$r/\%$	0.003	0.006	0.015

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）的情况下不超过 5%，再现性限（R）按表 8 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5 再现性

$w_{BeO}/\%$	5.43	8.13	9.67
R/%	0.32	0.37	0.46
$w_{Fe2O3}/\%$	1.33	5.16	8.53
R/%	0.37	0.37	0.59
$w_{CaO}/\%$	1.02	1.12	1.70
R/%	0.16	0.17	0.38
$w_p/\%$	0.031	0.070	0.319
R/%	0.003	0.006	0.015

11 试样报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 所使用的标准（包括发布和出版年号）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

12 质量保证与控制

定期用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时，应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。