YS

铝土矿石化学分析方法

第7部分：氧化钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of bauxite­—

Part 7：Determination of calcium oxide content—

Flame atomic absorption spectrophotometric method

（送审稿）

YYS/T 575.7-XXXX

代替YS /T 575.7-2007

**ICS 71.040.40**

**CCS H 30**

中华人民共和国有色金属行业标准

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

**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 575《铝土矿石化学分析方法》的第7部分。YS/T 575已经发布了以下部分：

——第1部分：氧化铝含量的测定 EDTA滴定法；

——第2部分：二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法；

——第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法；

——第4部分：三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第5部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法；

——第6部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度；

——第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第9部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第11部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第12部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胲光度法；

——第13部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第14部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法；

——第15部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明B萃取光度法；

——第16部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法；

——第17部分：硫含量的测定 燃烧-碘量法；

——第18部分：总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法；

——第19部分：烧减量的测定 重量法；

——第20部分：预先干燥试样的制备；

——第21部分：有机碳含量的测定 滴定法；

——第22部分：湿存水含量的测定 重量法；

——第23部分：元素含量的测定 X射线荧光光谱法；

——第24部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法；

——第25部分：硫含量的测定 库伦滴定法；

——第26部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法；

——第28部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

本文件代替YS/T 575.7-2007《铝土矿石化学分析方法 第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与YS/T 575.7-2007相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了氧化钙的测定范围，将“≤5%”修改为“0.060%～5.00%”(见第1章，2007年版的第1章)；

b) 增加了铝基体溶液和基体溶液（见5.4、5.5和5.6）；

c）增加了氧化镧溶液（见5.8）；

d）增加了氧化钙标准溶液A（见5.10）；

e）增加了高温炉和烘箱（见6.3和6.4）；

f）更改了分取试液的体积（见8.4.3，2007年版的6.4.2）；

g）更改了“工作曲线的绘制”（见8.5，2007年版的6.5）；

h）更改了精密度（见第10章）；

i）增加了“试验报告”（见第11章）。

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。

本文件负责起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、湖南有色金属研究院有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司分析检测中心、中铝矿业有限公司、岛津企业管理（中国）股份有限公司、广西产品质量检验研究院、广西田东锦鑫化工有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2006年首次发布为YS/T 575.7-2006，2007年为第一次修订。

——本次为第二次修订。

引 言

铝土矿石是氧化铝生产的重要原材料，氧化钙作为铝土矿中的杂质成分，虽含量不高，但也是评价铝土矿石品质的重要指标之一。

YS/T 575系列标准为《铝土矿石化学分析方法》，本文件规定了使用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿石中氧化钙含量的操作技术要求。此标准使用已经超过15年之久，在使用中依然存在着一些缺点，如试样在碱熔融后提取熔融物操作困难；工作曲线溶液的配制中未考虑碱熔过程中引入了大量的钠元素对测定钙的影响；释放剂氯化锶在钙浓度较低时的灵敏度不够；在分取测试溶液时，稀释比选取不适合等问题。

修订后的标准在技术路线上更加完善，在保证准确度的基础上，使分析人员操作过程更加方便，测量结果更加准确，增强了标准的实用性和适用性。

铝土矿化学分析方法

第7部分：氧化钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了铝土矿石中氧化钙含量的测定方法。

本文件适用于铝土矿石中氧化钙含量的测定。测定范围：0.060%～5.00%。

2 规范性引用文件

下列文件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实验方法。

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

试料碱熔、浸取、酸分解后，加锶盐或镧盐做释放剂，抑制干扰，于原子吸收光谱仪上波长422.7 nm处，以空气-乙炔火焰进行氧化钙的测定。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 氢氧化钠（优级纯）。

5.2 盐酸（1+1）。

5.3 盐酸（1+3）。

5.4 铝基体溶液：称取1.3235 g铝[ωAl≥99.99 %，预先用少量硝酸（1+3）浸洗，用水洗净硝酸后，以无水乙醇冲洗两次，晾干]，加入30 mL盐酸（5.2），微热至完全溶解后，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化铝。

5.5 基体溶液Ⅰ：称取12 g氢氧化钠（5.1）于500 mL烧杯中，用水溶解完全，加入160 mL盐酸（5.2）和100 mL铝基体溶液（5.4）,用水稀释至1000 mL，混匀。

5.6 基体溶液Ⅱ：称取12 g氢氧化钠（5.1）于500 mL烧杯中，用水溶解完全，加入160 mL盐酸（5.2）,用水稀释至1000 mL，混匀。

5.7 氯化锶溶液（150 g/L）：称取30 g氯化锶（SrCl2·H2O）置于250 mL烧杯中，加水至溶解完全，稀释至200 mL，混匀。

5.8 氧化镧溶液（50 g/L）：称取15 g氧化镧（La2O3，高纯）置于500 mL烧杯中，滴加入少量水湿润，加入45 mL盐酸（5.2），加热5 min，补加10 mL盐酸（5.2），继续加热至溶液清亮，冷却，用水稀释至300 mL，混匀。

5.9 氧化钙标准贮存溶液：称取1.7857 g碳酸钙（基准试剂，预先在烘箱中于110 ℃烘1 h，并置于干燥器中冷却至室温）于250 mL烧杯中。加20 mL水，滴加盐酸（5.2）至完全溶解，过量10 mL。煮沸3 min，冷却至室温，移入1000 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。

5.10 氧化钙标准溶液A：移取10.00 mL氧化钙标准贮存溶液（5.9），置于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg氧化钙。

5.11 氧化钙标准溶液B：移取50.00 mL氧化钙标准贮存溶液（5.9），置于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50 μg氧化钙。

6 仪器设备

6.1 火焰原子吸收光谱仪，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：在与测量试样的基体相一致的溶液中，钙的特征浓度应不大于0.24 g/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1.0 %；用最低浓度的标准溶液（不是零浓度）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度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0.7。

6.2 银坩埚：30 mL。

6.3 高温炉：可控温度在750 ℃±10 ℃。

6.4 烘箱：可控温度110 ℃±5 ℃。

7 样品

样品研磨混匀后通过74 μm标准筛，在烘箱（6.4）中于110 ℃±5 ℃烘干2 h，置于干燥器中，冷却至室温，备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.25 g 样品(7)，精确至0.1 mg。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于银坩埚（6.2）中，加3 g氢氧化钠（5.1）覆盖于其上，置于高温炉（6.3）中，由室温逐渐升温至750 ℃，熔融20 min（空白熔融5 min）。取出，旋转坩埚，使熔融物均匀附着在坩埚内壁，冷却。

8.4.2 用滤纸擦净银坩埚（见8.4.1）底部，置于直径不小于9cm的玻璃短颈漏斗中，漏斗插入已预先加有40 mL盐酸（5.2）的250 mL容量瓶中。用热水将坩埚中熔融物洗入容量瓶中，摇动容量瓶，待试料全部溶解后，用热水和3 mL盐酸（5.3）分次洗涤坩埚。再用热水洗净坩埚及漏斗，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

8.4.3 根据试料中氧化钙的质量分数，按表1分取相应体积的溶液（8.4.2）、基体溶液Ⅰ（5.5）或基体溶液Ⅱ（5.6）于50 mL容量瓶中，加入5 mL氯化锶溶液（5.7）或5 mL氧化镧溶液（5.8），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.4 在火焰原子吸收光谱仪上，于波长422.4 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测定试液（8.4.3）及随同试料空白（8.3）的吸光度，从标准曲线上查出氧化钙的相应量。

表1

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| ω  % | 分取溶液（8.4.2）体积mL | 补加基体溶液Ⅰ（5.5）体积mL | 补加基体溶液Ⅱ（5.6）体积mL | 释放剂 |
| ＞0.060～0.40 | 25.00 | 0 | 0 | 氧化镧 |
| ＞0.40～2.50 | 25.00 | 0 | 0 | 氯化锶 |
| 0 | 0 | 氧化镧 |
| ＞2.50～5.00 | 10.00 | 15.0 | 0 | 氯化锶 |
| 0 | 15.0 | 氧化镧 |

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1适用于氧化钙质量分数0.060%～0.40%：移取0 mL、1.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL氧化钙标准溶液（5.10）分别置于一组50 mL容量瓶中，加入25 mL基体溶液Ⅰ（5.5）和5 mL氧化镧溶液（5.8），用水冲至刻度，混匀。

8.5.2适用于氧化钙含量在0.40%～5.00%：移取0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL氧化钙标准溶液（5.11）分别置于一组50 mL容量瓶中，加入25 mL基体溶液Ⅰ（5.5）和5 mL氯化锶溶液（5.7），或25 mL基体溶液Ⅱ（5.6）和5 mL氧化镧溶液（5.8），用水冲至刻度，混匀。

8.5.3 将试液（8.5.1）和试液（8.5.2）分别于火焰原子吸收光谱仪波长422.7 nm处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测量系列标准溶液吸光度。以氧化钙质量浓度为横坐标，吸光度（减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度）为纵坐标，分别绘制工作曲线。

9 试验数据处理

氧化钙含量以氧化钙的质量分数ωCaO计，按公式（1）计算：

 ……………………………（1）

式中：

——自工作曲线上查得氧化钙的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——被测溶液的体积，单位为毫升（mL）；

——分取溶液相当试样量，单位为克（g）；

计算结果≥1.00%时，保留小数点后两位；计算结果＜1.00%时，保留两位有效数字。数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的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）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2 重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| ω  % | r  % |
| 0.081 | 0.012 |
| 0.45 | 0.04 |
| 1.15 | 0.06 |
| 4.29 | 0.15 |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的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）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3 再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| ω  % | R  % |
| 0.081 | 0.030 |
| 0.45 | 0.06 |
| 1.15 | 0.13 |
| 4.29 | 0.20 |

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试验对象；

——所使用的标准（包括发布或出版年号）；

——所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——结果；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

