

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 575.8-202X

代替YS /T 575.8-2007

铝土矿~~石~~化学分析方法 第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of bauxite-
Part 8: Determination of magnesium oxide content-
Flame atomic absorption spectrophotometric method

(送审稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 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 575《铝土矿石化学分析方法》的第8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；
- 第4部分：三氧化二铁含量的测定；
- 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 苯甲酰苯胺光度法；
- 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：灼减量的测定 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27部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第28部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第29部分：有效氧化铝和可反应硅的测定；

本文件代替 YS/T 575.8-2007《铝土矿石化学分析方法 第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与 YS/T 575.8-2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了氧化镁的测定范围，将“0.03%~2.00%”修改为“0.010%~2.50%”（见第1章，2007年版的第1章）；
- b) 增加了氯化锶溶液的配制过程（见 5.4，2007年版的 3.5）；
- d) 增加了“也可使用有证标准溶液”（见 5.7，2007年版的 YS/T 575.8 的 3.6）；
- e) 增加了高温炉和烘箱（见 6.3 和 6.4）；
- f) 更改了称样质量（见 8.1，2007年版的 6.1）、稀释体积（见 8.4.2，2007年版的 6.4.1）和补加盐酸体积（见 8.4.2，2007年版的 6.4.1）；
- g) 更改了分取试液的体积（见 8.4.3，2007年版的 6.4.1）；
- g) 增加了氧化镧溶液的使用（见 8.4.3，2007年版的 6.4.1）；
- h) 增加了基体溶液的使用（见 8.4.3，2007年版的 6.4.1）；
- i) 更改了工作曲线溶液的配制过程（见 8.5，2007年版的 6.5）；
- j) 更改了精密度（见第10章）；
- k) 增加了“试验报告”（见第11章）。

YS/T 575.8—XXXX

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：XXX、XXX、XXX

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——2006年首次发布为YS/T 575.8-2006，2007年第一次修订。

——本次为第二次修订。

引 言

铝土矿石是铝工业的重要原材料，在铝工业领域标准体系中，铝土矿石化学分析方法标准体系是其中非常重要的部分，在判断铝土矿石产品质量方面发挥着重要作用。该系列标准服务铝土矿石的贸易和应用，为我国铝工业的高质量发展提供技术支撑。

YS/T 575 为铝土矿石化学分析方法，包括铝土矿中的铝、硅、铁、钛、钾、钠、钙、镁、锰、铬、钒、锌、稀土氧化物总量、镓、磷、硫、碳、灼减、有机碳、湿存水、元素含量的测定、锂、有效氧化铝和可反应硅的测定，按照检测对象，拟分为 27 个部分。

- 第 1 部分：氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法。目的在于给出采用 EDTA 滴定法测定铝土矿中氧化铝含量的方法。
- 第 2 部分：二氧化硅含量的测定。目的在于给出采用钼蓝光度法和重量-钼蓝光度法测定铝土矿中二氧化硅含量的方法。
- 第 4 部分：三氧化二铁含量的测定。目的在于给出采用邻二氮杂菲分光光度法和重铬酸钾滴定法测定铝土矿中三氧化二铁含量的方法。
- 第 6 部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法。目的在于给出采用二安替吡啉甲烷光度法测定铝土矿中二氧化钛含量的方法。
- 第 7 部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化钙含量的方法。
- 第 8 部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化镁含量的方法。
- 第 9 部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化钾、氧化钠含量的方法。
- 第 10 部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化锰含量的方法。
- 第 11 部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中三氧化二铬含量的方法。
- 第 12 部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胺光度法。目的在于给出采用苯甲酰苯胺光度法测定铝土矿中五氧化二钒含量的方法。
- 第 13 部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中锌含量的方法。
- 第 14 部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法。目的在于给出采用三溴偶氮胂光度法测定铝土矿中稀土氧化物总量的方法。
- 第 15 部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明 B 萃取光度法。目的在于给出采用罗丹明 B 萃取光度法测定铝土矿中三氧化二镓含量的方法。
- 第 16 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法。目的在于给出采用钼蓝光度法测定铝土矿中五氧化二磷含量的方法。
- 第 17 部分：硫含量的测定 燃烧-碘量法。目的在于给出采用燃烧-碘量法测定铝土矿中硫含量的方法。
- 第 18 部分：总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法。目的在于给出采用燃烧-非水滴定法测定铝土矿中总碳含量的方法。
- 第 19 部分：灼减量的测定 重量法。目的在于给出采用重量法测定铝土矿灼烧量的方法。
- 第 20 部分：预先干燥试样的制备。目的在于给出铝土矿预先干燥试样制备的方法和步骤。
- 第 21 部分：有机碳含量的测定。目的在于给出采用滴定法和红外吸收法测定铝土矿中有机碳含量的方法。
- 第 22 部分：湿存水含量的测定 重量法。目的在于给出采用重量法测定铝土矿中湿存水含量的方

法。

- 第 23 部分：元素含量的测定 X 射线荧光光谱法。目的在于给出采用 X 射线荧光光谱法测定铝土矿中三氧化二铝、二氧化硅、全铁（以 Fe_2O_3 表示）、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、五氧化二磷、氧化锰、硫、钒、镓和锌含量的方法。
- 第 24 部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法。目的在于给出采用红外吸收法测定铝土矿中碳和硫含量的方法。
- 第 25 部分：硫含量的测定 库伦滴定法。目的在于给出采用库伦滴定法测定铝土矿中硫含量的方法。
- 第 26 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。目的在于给出采用硫酸钡重量测定铝土矿中硫酸根含量的方法。
- 第 27 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于给出采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝土矿中二氧化硅、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、氧化锂、五氧化二钒、三氧化二铁、氧化锰、氧化镓和氧化锌含量的方法。
- 第 28 部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化锂含量的方法。
- 第 29 部分：有效氧化铝和可反应硅的测定。目的在于给出测定铝土矿中有效氧化铝和可反应硅的方法。

YS/T 575.8 使用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿石中氧化镁的含量。本次修订对原有标准进行了系统性的优化与完善，更改了样品前处理的熔样方法，修订后的标准可实现一次熔样，多组分联合测定，简化了实验操作的作业流程，缩短了检测周期；本次修订还对原有方法中氧化镁的测量范围进行了科学合理的调整，显著增强了该标准的实用性与行业适用性，能够更好的满足目前我国铝土矿检测要求，为铝工业生产过程中的质量控制提供了更为可靠、高效的技术依据，同时也为国内外铝土矿及相关产品的贸易交接提供了统一、规范的检测方法，有助于减少贸易争端，促进市场交易的规范化与公平性，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

铝土矿_石化学分析方法

第8部分：氧化镁含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件描述了采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿_石中氧化镁含量的方法。

本文件适用于铝土矿_石中氧化镁含量的测定。测定范围：0.010%~2.50%。

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 方法概述

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285.2 nm处，以空气-乙炔火焰进行氧化镁的测定。

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 氯化锶溶液（150 g/L）：称取30 g氯化锶（ $\text{SrCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）置于250 mL烧杯中，加水至溶解完全，稀释至200 mL，混匀。

5.5 氧化镧溶液（50 g/L）：称取15 g氧化镧（ La_2O_3 ）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。

5.6 基体溶液：称取12 g氢氧化钠（5.1）于500 mL烧杯中，加水至溶解完全，加入160 mL盐酸（5.2），移入1 L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.7 氧化镁标准贮存溶液：准确称取1.0000 g基准氧化镁（预先经800 °C灼烧至恒重）于100 mL烧杯中，加少量水，用30 mL盐酸（5.3）溶解。移入1 L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含氧化镁1.0 mg。也可使用有证标准溶液。

5.8 氧化镁标准溶液：分取10 mL氧化镁标准贮存溶液（5.7），置于1 L容量瓶中，加入4.5 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含氧化镁10 μg。

6 仪器设备

6.1 火焰原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯。

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，镁的特征浓度应不大于0.020 μg/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”浓度标准溶液）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，带盖。

6.3 高温炉：可控温度 $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 烘箱：可控温度 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7 样品

样品粒度应小于 $75\text{ }\mu\text{m}$ ，在烘箱（6.4）中于 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 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 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，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 10 cm 的短颈漏斗中，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 根据试料中氧化镁的质量分数，按表 1 分取相应体积的溶液（8.4.2）、基体溶液（5.6）和盐酸（5.2）于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 氯化锶溶液（5.4）或氧化镧溶液（5.5），用水稀释至刻度，混匀。

表 1 分取溶液体积、补加基体溶液体积和盐酸体积

氧化镁的质量分数/%	分取溶液/mL	补加基体溶液（5.6）/mL	补加盐酸（5.2）/mL
0.010~0.20	25.00	0	0
$\geq 0.20 \sim 1.00$	5.00	20.00	0
$\geq 1.00 \sim 2.50$	2.00	0	3

8.4.4 在火焰原子吸收光谱仪上，于波长 285.2 nm 处，以空气-乙炔火焰与标准系列溶液同时测定氧化镁的吸光度。从标准曲线上查出氧化镁的含量。

8.5 工作曲线绘制

8.5.1 适用于氧化镁质量分数在 0.010%~1.00%：移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化镁标准溶液（5.8）分别置于一组 50 mL 容量瓶中，移取 5 mL 氯化锶溶液（5.4）或氧化镧溶液（5.5），25 mL 基体溶液（5.6），用水冲至刻度，混匀。

8.5.2 适用于氧化镁质量分数在 $\geq 1.00\% \sim 2.50\%$ ：移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化镁标准溶液（5.8）分别置于一组 50 mL 容量瓶中，移取 5 mL 氯化锶溶液（5.4）或氧化镧溶液（5.5），2 mL 基体溶液（5.6），3 mL 盐酸（5.2），用水冲至刻度，混匀。

8.5.3 将试液（8.5.1）或试液（8.5.2）分别于火焰原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处，以空气-乙炔火焰，以水调零，测量系列标准溶液吸光度。以氧化镁质量浓度为横坐标，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

氧化镁含量以氧化镁的质量分数 ω_{MgO} 计，按公式（1）计算：

$$\omega_{MgO} = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c_1 ——测量时，自工作曲线上查得氧化镁的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- c_2 ——测量时，自工作曲线上查得空白溶液氧化镁的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V_2 ——被测溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_0 ——试液的总体积，单位为毫升（mL）；
- m ——试料的质量，单位为克（g）；
- V_1 ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

计算结果大于等于1.00%时，保留小数点后两位；计算结果小于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 %
0.016	0.003
0.073	0.007
0.33	0.03
1.35	0.08
2.31	0.09

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 %
0.016	0.008
0.073	0.027
0.33	0.06
1.35	0.16
2.31	0.18

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。