



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15079.1~15079.12-94

---

## 钼精矿化学分析方法

Method for chemical analysis  
of molybdenum concentrates

1994-05-11 发布

1994-12-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 钼精矿化学分析方法 钙量的测定

GB/T 15079.7-94

Molybdenum concentrates—Determination of calcium content

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了钼精矿中钙含量的测定方法。

本标准适用于钼精矿中钙含量的测定。测定范围:0.05%~3%。

### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

### 3 方法提要

试料先于500℃灼烧除去有机碳和硫,再用酸分解,在稀盐酸介质中,以铯盐和镧盐作释放剂,于原子吸收光谱仪波长422.7nm处,用空气-乙炔火焰工作曲线法测量吸光度。

### 4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$ 1.42g/mL),优级纯。

4.2 盐酸( $\rho$ 1.19g/mL),优级纯。

4.3 氢氟酸( $\rho$ 1.15g/mL)。

4.4 高氯酸( $\rho$ 1.76g/mL),优级纯。

4.5 盐酸(1+1),优级纯。

4.6 氯化铯溶液(200g/L):称取100g氯化铯( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),置于400mL烧杯中,加入适量的水溶解完全后,移入500mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.7 氧化镧溶液(50g/L):称取25g氧化镧(99.9%以上),置于250mL烧杯中,加入100mL盐酸(4.5),加热至溶解完全,冷却,移入500mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.8 钙标准溶液:称取0.2497g预先在105℃烘过1h并已于干燥器中冷却的碳酸钙(基准试剂),置于200mL烧杯中,加入适量的水,盖上表皿,小心滴加10mL盐酸(4.5),低温加热至溶解完全,冷却,移入1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含100 $\mu$ g钙。

### 5 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1.5%。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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

工作曲线的线性: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,不应小于0.7。

仪器工作条件见附录A(参考件)。

## 6 试样

6.1 试样应预先脱去油和水分,其粒度应小于0.090mm。

6.2 试样应在100~105 $^{\circ}\text{C}$ 烘1h后,置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取0.2000g试样,精确至0.0001g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于30mL瓷坩埚中,在500 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧30min。冷却,洗入200mL聚四氟乙烯烧杯中,加入15mL硝酸(4.1)、5mL盐酸(4.2)、5mL氢氟酸(4.3)和3mL高氯酸(4.4),低温加热分解,加热至白烟冒尽。冷却,加入8.0mL盐酸(4.5)、20mL水,加热溶解盐类至溶液清亮,冷却,移入100mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

7.3.2 按表1移取溶液(7.3.1)并补加盐酸(4.5)于100mL容量瓶中,加入1.0mL氯化锶溶液(4.6)、4.0mL氧化镧溶液(4.7),以水稀释至刻度,混匀。

表1

钙含量,%	移取溶液体积,mL	补加盐酸(4.5)体积,mL
0.050~1.00	20.00	2.4
>1.00~2.00	10.00	3.2
>2.00~3.00	5.00	3.6

7.3.3 将溶液(7.3.2)于原子吸收光谱仪波长422.7nm处,用空气-乙炔火焰,以“零”标准溶液调零,按浓度递增的顺序测量其吸光度。取三次测量平均值。自工作曲线上分别查出相应的钙浓度。

### 7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 移取0.1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL钙标准溶液(4.8),分别置于一组100mL容量瓶中,加入4.0mL盐酸(4.5)、1.0mL氯化锶溶液(4.6)、4.0mL氧化镧溶液(4.7),以水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 与试料测定相同的条件,测量标准溶液的吸光度,以钙浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 8 分析结果的表述

按下式计算钙的百分含量:

$$\text{Ca}(\%) = \frac{(c_1 - c_0) \times V_0 \times V_2 \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100$$

式中： $c_1$ ——自工作曲线上查得试料溶液中钙浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；  
 $c_0$ ——自工作曲线上查得空白试验溶液中钙浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；  
 $V_0$ ——溶液总体积， $\text{mL}$ ；  
 $V_1$ ——移取溶液的体积， $\text{mL}$ ；  
 $V_2$ ——被测溶液的体积， $\text{mL}$ ；  
 $m$ ——试料的质量， $\text{g}$ 。

所得结果应表示至二位小数，小于 0.1% 时，表示至三位小数。

## 9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

钙 含 量	允 许 差
0.050~0.100	0.015
>0.10~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.07
>2.00~3.00	0.10

**附录 A**  
**仪器工作条件**  
(参考件)

WFX-1B型原子吸收光谱仪的工作条件如表 A1:

表 A1

测定元素	波长, nm	灯电流, mA	光谱通带, nm	观测高度, mm	空气流量, L/min	乙炔流量, L/min
Ca	422.7	1.5	0.4	6	6.0	1.5

**附加说明:**

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由金堆城铝业公司负责起草。

本标准由金堆城铝业公司起草。

本标准主要起草人路庆祥、高艳。

自本标准实施之日起,原中华人民共和国冶金工业部标准 YB 735—77《钨精矿分析方法》废止。