

前 言

本标准对 GB/T 3286.1—1982《石灰石、白云石化学分析方法 EGTA-CyDTA 容量法测定氧化钙和氧化镁》和 GB/T 3286.11—1993《石灰石、白云石化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量和铁量》进行修订,本次修订将 GB/T 3286.1—1982 和 GB/T 3286.11—1993 中氧化镁量测定部分合并为一个标准,分两篇叙述,第一篇 络合滴定法,第二篇 火焰原子吸收光谱法。第一篇络合滴定法非等效采用 JIS M8850:1994《石灰石化学分析方法》中 EDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量的方法。第二篇火焰原子吸收光谱法非等效采用 JIS M 8850:1994《石灰石化学分析方法》中原子吸收光谱测定氧化镁量的方法。

“范围”中明确本标准也适用于冶金石灰中氧化钙量和氧化镁量的测定。“允许差”中增加了实验室内允许差。

络合滴定法中试料分解由原标准中酸溶残渣碱熔回收改为试料直接碱熔稀酸浸取的分解方法。制备的试液可同时用于氧化钙、氧化镁、二氧化硅、氧化铝和氧化铁量的测定,使分析方法更具实用性。方法中增加了用 EDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量的方法,该滴定方法与原标准中 EGTA、CyDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量的方法并列。对高镁试样中氧化钙量的测定,由于原方法中所加分散剂酒石酸-蔗糖溶液的“空白值”不易控制,修订的方法中不再加分散剂。

火焰原子吸收光谱法中对试液体积及分取等作了调整。鉴于该方法简便,灵敏度、精度较高,原 GB/T 3286.2—1982《石灰石、白云石化学分析方法 铬黑 T 光度法测定氧化镁》方法用火焰原子吸收光谱法代替。

GB/T 3286《石灰石、白云石化学分析方法》包括以下九个分标准:

GB/T 3286.1 氧化钙量和氧化镁量的测定;

GB/T 3286.2 二氧化硅量的测定;

GB/T 3286.3 氧化铝量的测定;

GB/T 3286.4 氧化铁量的测定;

GB/T 3286.5 氧化锰量的测定;

GB/T 3286.6 磷量的测定;

GB/T 3286.7 硫量的测定;

GB/T 3286.8 灼烧减量的测定;

GB/T 3286.9 二氧化碳量的测定。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 3286.1—1982、GB/T 3286.2—1982 和 GB/T 3286.11—1993。

本标准由中华人民共和国原冶金工业部提出。

本标准由原冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准由武汉钢铁(集团)公司负责起草。

本标准起草单位:武汉钢铁(集团)公司技术中心、鞍山钢铁(集团)公司质检中心和上海第一钢铁(集团)有限公司。

本标准主要起草人:刘继先、曹宏燕、马福祥、魏匡群、陈亚森、于桂芝。

本标准 1982 年 7 月首次发布,1993 年 3 月对火焰原子吸收光谱法进行了修订。

中华人民共和国国家标准

石灰石、白云石化学分析方法 氧化钙量和氧化镁量的测定

GB/T 3286.1—1998

Methods for chemical analysis of
limestone and dolomite—
The determination of calcium oxide and
magnesium oxide content

代替 GB/T 3286.1—1982
GB/T 3286.2—1982
GB/T 3286.11—1993

1 范围

本标准规定了用络合滴定法测定氧化钙、氧化镁量和用原子吸收光谱法测定氧化镁量。

本标准适用于石灰石、白云石中氧化钙量和氧化镁量的测定,也适用于冶金石灰中氧化钙量和氧化镁量的测定。第一篇 络合滴定法,测定范围:氧化钙量大于 25%,氧化镁量大于 2.5%;第二篇原子吸收光谱法,测定范围:氧化镁量 0.10%~2.50%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 2007.2—1987 散装矿产品的取样、制样通则 手工制样方法
GB/T 3286.2—1998 石灰石、白云石化学分析方法 二氧化硅量的测定
GB/T 3286.3—1998 石灰石、白云石化学分析方法 氧化铝量的测定
GB/T 3286.4—1998 石灰石、白云石化学分析方法 氧化铁量的测定
GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

第一篇 络合滴定法

3 方法提要

试料用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀盐酸浸取。分取部分试液,以三乙醇胺掩蔽铁、铝、锰等离子,在强碱介质中,以钙指示剂作指示剂,用 EDTA 或 EGTA 标准溶液滴定氧化钙量。对高镁试样,在试液调节至碱性前预置 90%~95%的 EDTA 或 EGTA 标准溶液,以消除大量镁的影响。另取部分试液,以三乙醇胺掩蔽铁、铝、锰等离子,在氨性缓冲溶液中,以酸性铬蓝 K 和萘酚绿 B 作混合指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定氧化钙、氧化镁含量,或以稍过量的 EGTA 标准溶液掩蔽钙,用 CyDTA 标准溶液滴定氧化镁量。

试样中含氧化铁、氧化铝量大于 2.0%,或含氧化锰量大于 0.10%,用铜试剂沉淀分离铁、铝、锰等离子,分取滤液用 EDTA 或 EGTA、CyDTA 标准溶液滴定氧化钙量和氧化镁量。

4 试剂

- 4.1 混合熔剂:取二份无水碳酸钠与一份硼酸研磨,混匀。
- 4.2 盐酸(1+5)。
- 4.3 三乙醇胺(1+4)。
- 4.4 氨水(1+1)。
- 4.5 氢氧化钾溶液(200 g/L),贮于塑料瓶中,配制后需放置过夜使用。
- 4.6 二乙胺二硫代甲酸钠(铜试剂)溶液(50 g/L),用时配制。
- 4.7 氨性缓冲溶液:称取 67.5 g 氯化铵溶于水中,加 570 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL),用水稀释至 1 L,混匀。
- 4.8 钙指示剂:取 1 g 钙指示剂与 100 g 氯化钠研磨,混匀。
- 4.9 酸性铬蓝 K 溶液(5 g/L),用三乙醇胺(1+1)配制。
- 4.10 萘酚绿 B 溶液(5 g/L),用三乙醇胺(1+1)配制。
- 4.11 氧化钙标准溶液:称取 0.8924 g 预先于 105~110℃干燥 1 h 并冷却至室温的高纯碳酸钙(不低于 99.99%),置于 250 mL 的烧杯中,加约 100 mL 的水,盖上表皿。缓慢加入 10 mL 盐酸(1+1)至试剂溶解,加热煮沸驱尽二氧化碳,取下,冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 0.50 mg 氧化钙。
- 4.12 氧化镁标准溶液:称取 0.5000 g 预先于 950~1 000℃灼烧 1 h 并冷却至室温的高纯氧化镁(不低于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水,盖上表皿。缓慢加入 15 mL 盐酸(1+1)至试剂溶解,加热煮沸,取下,冷至室温。移入 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 0.50 mg 氧化镁。
- 4.13 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$]

4.13.1 配制

称取 3.72 g 乙二胺四乙酸二钠于 500 mL 的烧杯中,加约 300 mL 水,低温加热,不断搅拌,待试剂全部溶解后,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.13.2 EDTA 标准溶液对氧化钙滴定度的标定

移取 50.00 mL 氧化钙标准溶液(4.11)三份,分别置 250 mL 锥形瓶中,加入 2 mL 的氧化镁标准溶液(4.12)及 50 mL 水,加 5 mL 三乙醇胺(4.3),加 20 mL 氢氧化钾溶液(4.5)及少许钙指示剂(4.8),在不断摇动下用 EDTA 标准溶液(4.13.1)滴定至溶液由红色变为亮蓝色为终点。三份氧化钙标准溶液所消耗 EDTA 标准溶液体积的极差不超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算 EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度:

$$T_1 = \frac{c \cdot V}{V_1 - V_{01}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: T_1 ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度,g/mL;

c ——氧化钙标准溶液的浓度,g/mL;

V ——所取氧化钙标准溶液的体积,mL;

V_1 ——滴定所消耗 EDTA 标准溶液体积的平均值,mL;

V_{01} ——滴定试剂空白所消耗 EDTA 标准溶液体积的平均值,mL。

4.13.3 EDTA 标准溶液对氧化镁滴定度的标定

移取 20.00 mL 氧化镁标准溶液(4.12)三份,分别置 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,加 5 mL 三乙醇胺(4.3),加 10 mL 的氨性缓冲溶液(4.7),滴加 2 滴酸性铬蓝 K 溶液(4.9)及 6~7 滴萘酚绿 B 溶液(4.10),用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由暗红变为蓝绿色为终点。三份氧化镁标准溶液所消耗 EDTA 标准溶液毫升数的极差不超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(2)计算 EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度:

$$T_2 = \frac{c \cdot V}{V_2 - V_{02}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: T_2 ——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度, g/mL;

c ——氧化镁标准溶液的浓度, g/mL;

V ——所取氧化镁标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定所消耗 EDTA 标准溶液体积的平均值, mL;

V_{02} ——滴定试剂空白所消耗 EDTA 标准溶液体积的平均值, mL。

4.14 EGTA(乙二醇二乙醚二胺四乙酸)标准溶液 [$c(\text{EGTA})=0.01 \text{ mol/L}$]

4.14.1 配制

称取 3.90 g 乙二醇二乙醚二胺四乙酸, 置于 500 mL 的烧杯中, 加约 250 mL 水, 低温加热, 在不断搅拌下, 滴加氢氧化钾溶液(4.5)至试剂溶解, 冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.14.2 EGTA 标准溶液对氧化钙滴定度的标定

同 EDTA 标准溶液对氧化钙滴定度的标定, 按 4.13.2 操作并计算滴定度, 仅用 EGTA 标准溶液(4.14.1)代替 EDTA 标准溶液(4.13.1)。

4.15 CyDTA(环己烷二胺四乙酸)标准溶液 [$c(\text{CyDTA})=0.01 \text{ mol/L}$]

4.15.1 配制

称取 3.70 g 环己烷二胺四乙酸, 置于 500 mL 的烧杯中, 加入约 250 mL 水, 低温加热, 在不断搅拌下, 滴加氢氧化钾溶液(4.5)至试剂溶解, 冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.15.2 CyDTA 标准溶液对氧化镁滴定度的标定

用 EDTA 标准溶液对氧化镁滴定度的标定, 按 4.13.3 操作并计算滴定度, 仅用 CyDTA 标准溶液(4.15.1)代替 EDTA 标准溶液(4.13.1)。

5 仪器

分析中, 仅用通常的实验室仪器、设备。

6 制样

按 GB/T 2007.2 制备试样。

6.1 试样应加工至粒度小于 0.125 mm。

6.2 石灰石、白云石试样分析前在 105~110℃ 干燥 2 h, 置于干燥器中冷却至室温。

6.3 冶金石灰试样的制备应迅速进行, 制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封, 于干燥器中保存, 分析前试样不进行干燥。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.50 g 试料, 精确至 0.0001 g。对冶金石灰试样, 应快速称取试料。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 试料分解和储备液制备

7.3.1 将试料(7.1)置于预先盛有 3.0 g 混合熔剂(4.1)的铂坩埚中, 混匀, 再覆盖 1.0 g 混合熔剂(4.1)。将铂坩埚置于炉温低于 300℃ 的高温炉中, 盖上铂盖(留一缝隙)。将炉温逐渐升至 950~1 000℃, 熔融 10 min, 取出, 转动铂坩埚, 冷却。

7.3.2 用水冲洗铂坩埚外壁,将铂坩埚及铂盖置于300 mL烧杯中,加75 mL盐酸(4.2),低温加热浸出熔块,用水洗出铂坩埚及铂盖。低温加热至试液清亮,冷却至室温。将试液移入250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此试液作为测定氧化钙、氧化镁、二氧化硅、氧化铝和氧化铁量的储备液。

注:GB/T 3286.1络合滴定法测定氧化钙量和氧化镁量,GB/T 3286.2钼蓝光度法测定二氧化硅量,GB/T 3286.3铬天青S光度法测定氧化铝量,GB/T 3286.4邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量各分析方法制备的储备液相同。如同时测定试样中这些化学成分的含量,可只制备一份该试样的储备液,分取后按各分析方法测定。

7.3.3 分取25.00 mL储备液(7.3.2)两份(冶金石灰试样可分取15.00 mL两份),分别置于250 mL锥形瓶中,加25 mL水,以下按7.4或7.5规定的方法测定氧化钙量和氧化镁量。

7.3.4 当试样中氧化铝、氧化铁含量大于2.0%或氧化锰含量大于0.10%时,采用铜试剂将其分离:分取100.00 mL储备液(7.3.2)于250 mL容量瓶中,加50 mL水,于溶液中投入一小片刚果红试纸,用氢氧化钾溶液(4.5)将大部分酸中和后,以水冲洗瓶颈,滴加氨水(4.4)中和至试纸刚呈红色,加10 mL铜试剂溶液(4.6),剧烈摇动1 min,冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀,放置30 min。用中速定量滤纸干过滤,弃去最初的20 mL滤液。移取50.00 mL滤液两份,分别置于250 mL锥形瓶中,以下按7.4或7.5规定的方法测定氧化钙量和氧化镁量。

7.4 EDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量

7.4.1 氧化钙量的滴定

7.4.1.1 石灰石、冶金石灰试样

于一份试液(7.3.3或7.3.4)中,加5 mL三乙醇胺(4.3),混匀,加20 mL氢氧化钾溶液(4.5)及少许钙指示剂(4.8),混匀。用EDTA标准溶液(4.13)滴定至试液由红色变为亮蓝色为终点。空白试验和当试样中氧化镁量小于1.0%时,在用EDTA标准溶液滴定前加1.0 mL氧化镁标准溶液(4.12)。

当试样中氧化镁量大于2.5%时,按7.4.1.2中预置滴定剂方法滴定。

7.4.1.2 白云石试样

于一份试液(7.3.3或7.3.4)中,加5 mL三乙醇胺(4.3),混匀,加入相当于滴定溶液中90%~95%氧化钙量的EDTA标准溶液(4.13),加20 mL氢氧化钾溶液(4.5)及少许钙指示剂(4.8),混匀。继续用EDTA标准溶液(4.13)滴定至试液由红色变为亮蓝色为终点。空白试验滴定前加1.0 mL氧化镁标准溶液(4.12),不预置滴定剂。

注:为确定预置滴定剂的量,可先进行一次预滴定。分取一份试液(7.3.3)按7.4.1.1的滴定方法滴定,确定预滴定体积。滴定时预加比预滴定体积小1~2 mL的滴定剂。

7.4.2 氧化钙、氧化镁含量的滴定

于另一份试液(7.3.3或7.3.4)中,加5 mL三乙醇胺(4.3),混匀,加20 mL氨性缓冲溶液(4.7),加2滴酸性铬蓝K溶液(4.9),6~7滴萘酚绿B溶液(4.10),用EDTA标准溶液(4.13)滴定至试液由暗红色变为蓝绿色为终点。

7.5 EGTA、CyDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量

7.5.1 氧化钙量的滴定

7.5.1.1 石灰石、冶金石灰试样

于一份试液(7.3.3或7.3.4)中,加5 mL三乙醇胺(4.3),混匀,加20 mL氢氧化钾溶液(4.5)及少许钙指示剂(4.8),混匀。用EGTA标准溶液(4.14)滴定至试液由红色变为亮蓝色为终点。空白试验和当试样中氧化镁量小于1.0%时,在用EDTA标准溶液滴定前加1.0 mL氧化镁标准溶液(4.12)。

当试样中氧化镁量大于2.5%时,按7.4.1.2中预置滴定剂方法滴定。

7.5.1.2 白云石试样

于一份试液(7.3.3或7.3.4)中,加5 mL三乙醇胺(4.3),混匀。加入相当于滴定溶液中90%~95%氧化钙量的EGTA标准溶液(4.14),加20 mL氢氧化钾溶液(4.5)及少许钙指示剂(4.8),混匀。继续用EGTA标准溶液(4.14)滴定至试液由红色变为亮蓝色为终点。空白试验滴定前加1.0 mL氧化镁

标准溶液(4.12),不预置滴定剂。

注:同7.4.1.2注。

7.5.2 氧化镁的滴定

于另一份试液(7.3.3或7.3.4)中,加5 mL 三乙醇胺(4.3),混匀,加入EGTA标准溶液(4.14),其加入量等于滴定氧化钙时所消耗EGTA标准溶液(4.14)的毫升数,并过量0.4 mL。加20 mL 氨性缓冲溶液(4.7),2滴酸性铬蓝K溶液(4.9),加6~7滴萘酚绿B溶液(4.10),用CyDTA标准溶液(4.15)滴定至试液由暗红色变为蓝绿色为终点。

8 分析结果表述

8.1 EDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量

8.1.1 按式(3)计算氧化钙的质量百分数:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{(V_1 - V_{01})T_1}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: V_1 ——滴定氧化钙消耗EDTA标准溶液的体积,mL;

V_{01} ——滴定空白试验消耗EDTA标准溶液的体积,mL;

T_1 ——EDTA标准溶液对氧化钙的滴定度,g/mL;

m_1 ——分取试液相当的试料量,g。

8.1.2 按式(4)计算氧化镁的质量百分数:

$$\text{MgO}(\%) = \frac{[(V_2 - V_{02}) - (V_1 - V_{01})]T_2}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_2 ——滴定氧化钙、氧化镁含量消耗EDTA标准溶液的体积,mL;

V_{02} ——滴定氧化钙、氧化镁含量的空白试验消耗EDTA标准溶液的体积,mL;

V_1 ——滴定氧化钙消耗EDTA标准溶液的体积,mL;

V_{01} ——滴定氧化钙空白试验消耗EDTA标准溶液的体积,mL;

T_2 ——EDTA标准溶液对氧化镁的滴定度,g/mL;

m_2 ——分取试液相当的试料量,g。

8.2 EGTA、CyDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量

8.2.1 按式(5)计算氧化钙的质量百分数:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{(V_3 - V_{03})T_3}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: V_3 ——滴定氧化钙消耗EGTA标准溶液的体积,mL;

V_{03} ——滴定空白试验消耗EGTA标准溶液的体积,mL;

T_3 ——EGTA标准溶液对氧化钙的滴定度,g/mL;

m_3 ——分取试液相当的试料量,g。

8.2.2 按式(6)计算氧化镁的质量百分数:

$$\text{MgO}(\%) = \frac{(V_4 - V_{04})T_4}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: V_4 ——滴定氧化镁消耗CyDTA标准溶液的体积,mL;

V_{04} ——滴定空白试验消耗CyDTA标准溶液的体积,mL;

T_4 ——CyDTA标准溶液对氧化镁的滴定度,g/mL;

m_4 ——分取试液相当的试料量,g。

9 允许差

实验室内二个独立分析结果的差值和二个实验室分析结果的差值不应大于表 1、表 2 所列相应允许差。对冶金石灰试样,不作实验室间允许差要求。

表 1 %

氧化钙量		实验室内允许差	实验室间允许差
石灰石		0.30	0.50
白云石		0.30	0.50
冶金石灰	≤70.00	0.50	—
	>70.00	0.60	—

表 2 %

氧化镁量	实验室内允许差	实验室间允许差
2.50~5.00	0.15	0.25
>5.00~15.00	0.20	0.35
>15.00~22.00	0.30	0.45
>22.00	0.40	

第二篇 火焰原子吸收光谱法

10 方法提要

试料以盐酸、氢氟酸分解,高氯酸冒烟。试样溶液喷入空气-乙炔火焰中,用镁空心阴极灯做光源,于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处测量吸光度。

测量时,加入氯化锶作抑制剂消除铝、钛、硅等元素的干扰。

11 试剂

11.1 盐酸(1+1)。

11.2 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

11.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

11.4 氯化锶溶液(150 g/L):取 252 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)于 600 mL 烧杯中,用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

11.5 氧化镁标准溶液

11.5.1 称取 0.1 000 g 经 950~1 000℃ 灼烧 1 h 并冷却至室温的高纯氧化镁(不低于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(11.1)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 100 μg 氧化镁。

11.5.2 移取 50.00 mL 氧化镁标准溶液(11.5.1)置于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(11.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 10.0 μg 氧化镁。

12 仪器

原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器,镁空心阴极灯。空气和乙炔气体要足够纯净(不含水、油及镁),以提供稳定清澈的贫燃火焰。

按 GB/T 7728 对原子吸收光谱仪性能的判断,所用仪器应达到下列指标。

12.1 精密度最低要求

用最高浓度的标准溶液,测量10次吸光度,计算其吸光度的平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的1.5%。

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,计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

12.2 特征浓度

氧化镁的特征浓度应优于 $0.007 \mu\text{g/mL}$ 。

12.3 检出限

氧化镁的检出限应优于 $0.004 \mu\text{g/mL}$ 。

12.4 校准曲线的线性

将校准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。

13 制样

按GB/T 2007.2制备试样。

13.1 试样应加工至粒度小于 0.125 mm 。

13.2 石灰石、白云石试样分析前在 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 干燥2 h,置于干燥器中冷却至室温。

13.3 冶金石灰试样的制备应迅速进行,制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封,于干燥器中保存,分析前试样不进行干燥。

14 分析步骤

14.1 试料量

称取 0.20 g 试料,精确至 0.0001 g 。对冶金石灰试样,应快速称取试料。

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

14.3 试料分解与试液制备

14.3.1 将试料(14.1)置于铂皿或聚四氟乙烯烧杯中,以少量水湿润,小心滴加盐酸(11.1)至激烈反应停止,再过量 5 mL 。加 2 mL 氢氟酸(11.2), 2 mL 高氯酸(11.3),低温加热,蒸发冒高氯酸白烟至近干,冷却。

14.3.2 加 10 mL 盐酸(11.1),低温加热溶解盐类,冷却。将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:该试液与GB/T 3286.4第二篇 火焰原子吸收光谱法测定氧化铁量分析方法制备的试液(14.3.2)相同,可同时用于氧化铁量的测定。

14.3.3 测量试液

14.3.3.1 移取 10.00 mL 试液(14.3.2)于 250 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(11.1), 5.0 mL 氯化锶溶液(11.4),用水稀释至刻度,混匀。此试液用于 $0.10\%\sim 1.00\%$ 氧化镁量的测定。

14.3.3.2 移取 25.00 mL 试液(14.3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,加 1.5 mL 盐酸(11.1), 1.5 mL 氯化锶溶液(11.4),用水稀释至刻度,混匀。此试液用于 1.00% 以上氧化镁量的测定。

14.4 测量

按GB/T 7728的要求和操作将原子吸收光谱仪调节至最佳工作条件,在波长 285.2 nm 处以空气-乙炔火焰,用水调节零点,测量试液中镁的吸光度,以校准曲线上查出相应氧化镁的浓度。

14.5 校准曲线绘制

移取 $0, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 \text{ mL}$ 氧化镁标准溶液(11.5.2)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加 2 mL 盐酸(11.1), 2.0 mL 氯化锶溶液(11.4),用水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪波

长 285.2 nm 处,以水调节零点,测量吸光度。以氧化镁浓度为横坐标,以减去零浓度溶液的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

15 分析结果的表述

按式(7)计算氧化镁的质量百分数:

$$\text{MgO}(\%) = \frac{(c_1 - c_2)f \cdot V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

- 式中: c_1 ——自校准曲线上查得试液中氧化镁的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;
- c_2 ——自校准曲线上查得空白试验溶液中氧化镁的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;
- f ——稀释倍数;
- V ——最终测量试料溶液的体积, mL ;
- m ——试料量, g 。

16 允许差

实验室内二个独立分析结果的差值和二个实验室分析结果的差值不应大于表 3 所列相应的允许差。对冶金石灰试样,不作实验室间允许差要求。

表 3 %

氧化镁量	实验室内允许差	实验室间允许差
0.10~0.50	0.03	0.05
>0.50~1.00	0.05	0.08
>1.00~2.50	0.10	0.15