



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 1513—2006  
代替 GB/T 1513—1979

## 锰矿石 钙和镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Manganese ores—Determination of calcium and magnesium contents—  
Flame atomic absorption spectrometric method

2006-09-12 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准代替 GB/T 1513—1979《锰矿石中氧化钙、氧化镁量的测定》。

本标准与 GB/T 1513—1979 比较,主要变化如下:

——修改了溶样方法。

——增加了残渣回收的处理。

——对测定范围进行了调整:由原来的氧化钙 0.1%~3%改为钙 0.05%~5.00%;由原来的氧化镁 0.1%~1%改为镁 0.05%~3.00%。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:吉林铁合金股份有限公司。

本标准主要起草人:胡雪光。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 1513—1979。

# 锰矿石 钙和镁含量的测定

## 火焰原子吸收光谱法

**警告:**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定钙和镁含量。

本标准适用于锰矿石中钙和镁含量的测定,测定范围(质量分数):钙为 0.050%~5.00%;镁为 0.050%~3.00%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2011 散装锰矿石取样、制样方法(GB/T 2011—1987, neq ISO 3081:1983)

GB/T 14949.8 锰矿石化学分析方法 湿存水量的测定(GB/T 14949.8—1994, eqv ISO 310:1981)

### 3 原理

试料用盐酸和硝酸分解,加热蒸发后过滤,分离不溶物,滤液作为主液保存,残渣以氢氟酸和硫酸处理,用碳酸钾-硼酸混合熔剂熔融回收。将熔融物溶解于盐酸中,保留溶液与主液混合,在镧存在下吸入溶液于火焰原子吸收光谱仪,使用空气-乙炔火焰测定钙和镁含量。

### 4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂:3份碳酸钾(无水)和1份硼酸混合。

4.2 盐酸, $\rho=1.19$  g/mL。

4.3 硝酸, $\rho=1.42$  g/mL。

4.4 硫酸, $\rho=1.84$  g/mL。

4.5 氢氟酸, $\rho=1.14$  g/mL。

4.6 盐酸,1+1。

4.7 盐酸,1+4。

4.8 盐酸,1+50。

4.9 硫酸,1+1。

4.10 背景溶液

称取 12.50 g 锰[ $\geq 99.95\%$ (质量分数)],1.25 g 铁[ $\geq 99.9\%$ (质量分数)],18.75 g 碳酸钾和 6.25 g 硼酸于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 盐酸(4.6)和 25 mL 硝酸(4.3),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 425 mL 盐酸(4.6),以水稀释至刻度,混匀。

4.11 氯化镧溶液

称取 11.7 g 氧化镧( $\text{La}_2\text{O}_3$ )于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,20 mL 盐酸(4.2),加热至完全溶解,蒸发至约 5 mL 取下,以水稀释至 100 mL,混匀。此溶液 1 mL 含 100 mg 镧。

#### 4.12 钙标准溶液

4.12.1 称取 2.497 5 g 碳酸钙(于 200℃灼烧并于干燥器中冷却至室温),加入 50 mL 盐酸(4.7),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

4.12.2 移取 25.00 mL 钙标准溶液(4.12.1)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50  $\mu\text{g}$  钙。

#### 4.13 镁标准溶液

4.13.1 称取 1.658 3 g 氧化镁(于 800℃灼烧并于干燥器中冷却至室温),加入 20 mL 盐酸(4.6),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

4.13.2 移取 5.00 mL 镁标准溶液(4.13.1)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25  $\mu\text{g}$  镁。

### 5 仪器与设备

分析中,除使用通常的实验室仪器、设备外,还使用原子吸收光谱仪。原子吸收光谱仪应具备有空气-乙炔燃烧器,钙、镁空心阴极灯。空气-乙炔气体要足够纯净以提供稳定清澈的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪应达到下列技术指标:

#### 5.1 最低稳定性

校准曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度标准溶液经各自多次测量,所得到的吸光度之标准偏差,相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数应分别小于 1.5% 和 0.5%。

#### 5.2 特征浓度

本标准钙的特征浓度应小于 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,镁的特征浓度应小于 0.005  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

#### 5.3 检出限

本标准钙的检出限应小于 0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,镁的检出限应小于 0.002  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

#### 5.4 校准曲线的线性

校准曲线按浓度等分为 5 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 0.8。

### 6 取制样

按照 GB/T 2011 规定进行取制样。试样应通过 0.080 mm 筛孔。

### 7 分析步骤

#### 7.1 试料量

称取风干试料 1.00 g,精确至 0.000 1 g。

同时按 GB/T 14949.8 测定湿存水含量。

#### 7.2 测定

##### 7.2.1 试料溶液的制备

##### 7.2.1.1 试料分解

将试料(7.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.6)加热,待试料大部分溶解后,加入 2 mL 硝酸(4.3),加热至氮氧化物完全分解,继续加热至溶液近干,加入 20 mL 盐酸(4.2),加热溶解盐类。加入 50 mL~60 mL 热水,用带有纸浆的中速滤纸过滤,小心用带有橡皮的玻璃棒擦烧杯内壁,用热盐酸溶液(4.8)洗烧杯 1 次~2 次。用热盐酸溶液(4.8)洗滤纸和残渣 3 次~4 次,再用热水洗 5 次~6 次,保留滤液(主液)。

### 7.2.1.2 残渣处理

将滤纸及残渣移入铂坩锅中,于500℃~600℃灰化,冷却,加入2滴~3滴水润湿,加入1 mL硫酸(4.9),5 mL~10 mL氢氟酸(4.5),加热至冒硫酸烟,于400℃~500℃灼烧残渣,冷却,加入2.0 g混合熔剂(4.1),于1 000℃高温熔融5 min,将坩锅置于原250 mL烧杯中,加入10 mL盐酸(4.2),洗净坩锅,控制溶液体积小于50 mL,将此溶液与主液合并。若溶液浑浊,则过滤于盛有纸浆的滤纸上,用热盐酸溶液(4.8)和水洗净滤纸,弃去未溶残渣。将上述溶液移入200 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

### 7.2.2 待测定试料溶液的配制

按表1移取试液及氯化镧溶液和背景溶液配制待测试液。

表1 待测试液的配制

元素	含量(质量分数)/%	待测溶液中元素含量/ ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	移取溶液(7.2.1)体积/ mL	稀释体积/ mL	再移取体积/ mL	再稀释体积/ mL	氯化镧溶液(4.11)加入量/ mL	背景溶液(4.10)加入量/ mL
钙	<0.10	<5.0	50.00	100.00		—	5.00	0
	$\geq 0.10 \sim 0.50$	$\geq 2.5 \sim 12.5$	25.00	100.00		—	5.00	10.00
	$\geq 0.50 \sim 2.50$	$\geq 2.5 \sim 12.5$	10.00	200.00	—	—	10.00	36.00
	$\geq 2.50 \sim 5.00$	$\geq 5.0 \sim 10.0$	20.00	100.00	10.00	100.00	5.00	19.00
镁	<0.20	<0.4	2.00	100.00	—	—	5.00	16.00
	$\geq 0.20 \sim 0.40$	$\geq 0.2 \sim 0.4$	1.00	100.00	—	—	5.00	18.00
	$\geq 0.40 \sim 1.00$	$\geq 0.2 \sim 0.5$	10.00	100.00	5.00	100.00	5.00	19.00
	$\geq 1.00 \sim 3.00$	$\geq 0.25 \sim 0.5$	10.00	200.00	10.00	200.00	10.00	38.00

### 7.2.3 空白试验

称取1.0 g锰[ $\geq 99.95\%$ (质量分数)]和0.10 g铁[ $\geq 99.9\%$ (质量分数)],加入40 mL盐酸(4.6)加热溶解,以下按7.2.1和7.2.2进行。

### 7.2.4 测量吸光度

将测定溶液(7.2.2)和(7.2.3)于原子吸收光谱仪上,波长422.7 nm和285.2 nm处,用空气-乙炔火焰,以水调零测其吸光度,将试料溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出钙、镁的浓度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

## 7.3 校准曲线的绘制

7.3.1 按照表2,在一系列100 mL容量瓶中加入钙标准溶液(4.12.2)和镁标准溶液(4.13.2),加入5.00 mL氯化镧溶液(4.11)和20.00 mL背景溶液(4.10),以水稀释至刻度,混匀,于原子吸收光谱仪,在波长422.7 nm和285.2 nm处,分别测其吸光度。

表2 钙、镁校准溶液的配制

钙		镁	
加入标准溶液(4.12.2)/mL	校准溶液含量/ $\mu\text{g}/\text{mL}$	加入标准溶液(4.13.2)/mL	校准溶液含量/ $\mu\text{g}/\text{mL}$
0	0	0	0
2.50	1.25	0.25	0.0625
5.00	2.50	0.50	0.125

表 2(续)

钙		镁	
加入标准溶液 (4.12.2)/mL	校准溶液含量/ μg/mL	加入标准溶液 (4.13.2)/mL	校准溶液含量/ μg/mL
10.00	5.00	1.00	0.250
20.00	10.00	1.50	0.375
25.00	12.50	2.00	0.500

7.3.2 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零校准溶液的吸光度,为钙、镁校准曲线系列溶液的净吸光度,以钙、镁浓度(μg/mL)为横坐标,净吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

8 结果计算

8.1 按式(1)计算试样中的钙或镁含量(质量分数) $w_{Ca, Mg}$  :

$$w_{Ca, Mg}(\%) = \frac{c \times V}{m \times 10^6} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c——自校准曲线上查得的钙或镁含量,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——被测溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m——被测溶液中所含试料的质量,单位为克(g);
- A——试样中湿存水的质量分数。

8.2 氧化钙、氧化镁的含量(质量分数) $w_{CaO}$ 、 $w_{MgO}$  :

$$w_{CaO}(\%) = 1.399 2 \times w_{Ca}(\%)$$

$$w_{MgO}(\%) = 1.658 3 \times w_{Mg}(\%)$$

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 允许差 %

元素	钙或镁含量(质量分数)	允许差
钙	0.050~0.100	0.003
	>0.10~0.25	0.03
	>0.25~0.50	0.08
	>0.50~2.00	0.15
	>2.00~5.00	0.25
镁	0.05~0.10	0.01
	>0.10~0.50	0.06
	>0.50~1.00	0.10
	>1.00~2.00	0.12
	>2.00~3.00	0.15

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期的资料;

- b) 遵守本标准规定的程度；
  - c) 分析结果及其表示；
  - d) 测定中观察到的异常现象；
  - e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作或者任选的操作。
-

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
锰矿石 钙和镁含量的测定  
火焰原子吸收光谱法  
GB/T 1513—2006

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.bzcb.com](http://www.bzcb.com)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字  
2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

\*

书号:155066·1-27697 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 1513-2006