

中华人民共和国国家标准

GB/T 1871.5—2022

代替 GB/T 1871.5—1995

磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法、容量法和 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of magnesium oxide content for phosphate rock and
concentrate—Flame atomic absorption spectrometry,
volumetry and inductively coupled plasma optical emission spectrometry

2022-10-12 发布

2023-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 通则	2
5 试样	2
6 方法 1 火焰原子吸收光谱法(AAS)	2
6.1 原理	2
6.2 试剂或材料	2
6.3 仪器设备	2
6.4 试验步骤	2
6.5 试验数据处理	4
6.6 精密度	4
7 方法 2 沉淀分离-EDTA 容量法	4
7.1 原理	4
7.2 试剂或材料	4
7.3 试验步骤	5
7.4 试验数据处理	5
7.5 精密度	5
8 方法 3 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)	6
8.1 原理	6
8.2 试剂或材料	6
8.3 仪器设备	6
8.4 试验步骤	6
8.5 试验数据处理	7
8.6 精密度	8
9 试验报告	8
附录 A (资料性) 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件	9
参考文献	10

订单号: 0120240922728529 防伪编号: 2024-0923-1137-1066-1773 购买单位: 上海美析仪器

上海美析仪器

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 GB/T 1871 的第5部分。GB/T 1871 已经发布了以下部分：

- GB/T 1871.1 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法；
- GB/T 1871.2 磷矿石和磷精矿中氧化铁含量的测定 容量法和分光光度法；
- GB/T 1871.3 磷矿石和磷精矿中氧化铝含量的测定 容量法和分光光度法；
- GB/T 1871.4 磷矿石和磷精矿中氧化钙含量的测定 容量法；
- GB/T 1871.5 磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法、容量法和电感耦合等离子体发射光谱法。

本文件代替 GB/T 1871.5—1995《磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和容量法》，与 GB/T 1871.5—1995 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了火焰原子吸收光谱法(AAS)的适用范围(见第1章,1995年版的第1章)；
- b) 更改了试验中所用水的规格要求(见第4章,1995年版的第4章)；
- c) 更改了试样的分解(见6.4.2.2,1995年版的7.1.2)；
- d) 更改了试样溶液稀释与吸取要求(见表2,1995年版的表1)；
- e) 增加了试验数据处理的数值修约(见6.5、7.4)；
- f) 更改了容量法精密度的要求(见表4,1995年版的表3)；
- g) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)(见第8章)；
- h) 增加了试验报告(见第9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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出并归口。

本文件起草单位：云南磷化集团有限公司、贵州磷化(集团)有限责任公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、湖北三宁化工股份有限公司、湖北大峪口化工有限责任公司、宜都兴发化工有限公司、中蓝连海设计研究院有限公司、连云港海关综合技术中心。

本文件主要起草人：张晓梅、欧志兵、雷光元、王学文、董广峰、张江坤、魏红珍、邱祖军、杨毅、杨宏、张艳丽、姜振胜、郑光明、姜郁、岳秋。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1980年首次发布为 GB/T 1871—1980；
- 1995年第一次修订时调整为分部分标准，本文件对应 GB/T 1871.5—1995；
- 本次为第二次修订。

引 言

由于磷矿石和磷精矿检测过程中涉及的检测元素较多,元素的适用范围和适用方法各不相同。为便于对磷矿石和磷精矿中不同元素进行检测,GB/T 1871 分为 5 个部分:

- GB/T 1871.1 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法。目的在于测量磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量,采用磷钼酸喹啉重量法和容量法。
- GB/T 1871.2 磷矿石和磷精矿中氧化铁含量的测定 容量法和分光光度法。目的在于测量磷矿石和磷精矿中氧化铁含量,采用容量法和分光光度法。
- GB/T 1871.3 磷矿石和磷精矿中氧化铝含量的测定 容量法和分光光度法。目的在于测量磷矿石和磷精矿中氧化铝含量,采用容量法和分光光度法。
- GB/T 1871.4 磷矿石和磷精矿中氧化钙含量的测定 容量法。目的在于测量磷矿石和磷精矿中氧化钙含量,采用容量法。
- GB/T 1871.5 磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法、容量法和电感耦合等离子体发射光谱法。目的在于测量磷矿石和磷精矿中氧化镁含量,采用火焰原子吸收光谱法、容量法和电感耦合等离子体发射光谱法。

磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定

火焰原子吸收光谱法、容量法和 电感耦合等离子体发射光谱法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未提出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定和条件。

1 范围

本文件描述了在磷矿石和磷精矿中测定氧化镁含量的火焰原子吸收光谱法、容量法和电感耦合等离子体发射光谱法。

本文件适用于磷矿石和磷精矿产品中氧化镁含量的测定。本文件各方法的测定范围见表1。

表1 各方法的测定范围

方法	测定范围(质量分数) %
火焰原子吸收光谱法	0.1~6
容量法	>0.5
电感耦合等离子体发射光谱法	0.1~15

2 规范性引用文件

下列文件中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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1868 磷矿石和磷精矿 采样与样品制备方法
- GB/T 1871.1—1995 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法
- GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- JY/T 0567 电感耦合等离子体发射光谱分析方法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 通则

除非另有说明,分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂,所用水符合 GB/T 6682 规定的二级水。

文件中所用试剂和溶液的配制,在未注明配制方法时,均应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定。

5 试样

试样按 GB/T 1868 的规定取样和制备后,通过 125 μm 试验筛(GB/T 6003.1),于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 以上,置于干燥器中冷却至室温。

6 方法 1 火焰原子吸收光谱法(AAS)

6.1 原理

试样溶液加入铈盐消除铝、磷等共存离子的干扰,在稀盐酸介质中,使用乙炔-空气火焰,于火焰原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处测量吸光度,以校准曲线法求出氧化镁含量。

6.2 试剂或材料

6.2.1 氢氟酸: $\rho=1.13\text{ g/mL}$ 。

6.2.2 高氯酸: $\rho=1.67\text{ g/mL}$ 。

6.2.3 盐酸: $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

6.2.4 硝酸: $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

6.2.5 盐酸溶液:1+1。

6.2.6 氯化铈($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L。

6.2.7 氧化镁标准溶液:500 $\mu\text{g/mL}$ 。称取 0.500 0 g 预先在 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的高纯氧化镁[$w(\text{MgO})\geq 99.99\%$]于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加 20 mL 水、10 mL 盐酸溶液(6.2.5),微热至完全溶解。冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 氧化镁。

6.2.8 氧化镁标准溶液:50 $\mu\text{g/mL}$ 。吸取 50.0 mL 氧化镁标准溶液(6.2.7)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 氧化镁。

6.3 仪器设备

6.3.1 火焰原子吸收光谱仪:应符合 GB/T 9723 的规定。

6.3.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

6.3.3 控温电热板:最高温度 300 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 试验步骤

6.4.1 平行试验

平行做两份试验。

6.4.2 试样的分解

6.4.2.1 氢氟酸-高氯酸全溶法

6.4.2.1.1 称取约 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于聚四氟乙烯烧杯(或铂皿)中,用少量水润湿。

6.4.2.1.2 加入 8 mL~10 mL 氢氟酸(6.2.1)、1 mL 高氯酸(6.2.2),低温加热分解冒白烟至近干。用少量水冲洗内壁,加入 2 mL 高氯酸(6.2.2),再加热冒烟至近干(不应蒸干),稍冷,加入 4 mL 盐酸溶液(6.2.5)和适量水,加热溶解可溶性盐类。

6.4.2.1.3 冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。

6.4.2.2 王水溶样法

6.4.2.2.1 称取约 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿。

6.4.2.2.2 小心加入 15 mL 盐酸(6.2.3),5 mL 硝酸(6.2.4),盖上表面皿,在控温电热板(6.3.3)上低温加热至沸,保持微沸 15 min 后,将表面皿移开一部分,继续加热 3 min~5 min 以逐出二氧化氮烟雾(此时溶液体积不少于 8 mL)。

6.4.2.2.3 取下烧杯,用水冲洗表面皿和杯壁,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。

6.4.3 试液的处理和测试

6.4.3.1 按表 2 吸取滤液置于 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液(6.2.5)、5.0 mL 氯化锶溶液(6.2.6),用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 试样溶液稀释与吸取

氧化镁(MgO)含量(质量分数) %	容量瓶体积 mL	吸取滤液体积 mL
0.1~1.0	100	25
>1.0~3.0	100	10
>3.0~6.0	100	5

6.4.3.2 将火焰原子吸收光谱仪工作参数调至最佳,使用乙炔-空气火焰、镁空心阴极灯,于波长 285.2 nm 处,以水调零,测量试样溶液吸光度。将所测得的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,在校准曲线上查出相应的氧化镁浓度。

6.4.4 校准曲线的绘制

量取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL、6.0 mL 氧化镁标准溶液(6.2.8),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液(6.2.5)、5.0 mL 氯化锶溶液(6.2.6),用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列氧化镁质量浓度分别为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.5 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 、3.0 $\mu\text{g/mL}$ 。以下按 6.4.3.2 进行,在与试样溶液测定相同条件下测量吸光度,减去试剂空白(零浓度溶液)吸光度,以氧化镁质量浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

6.4.5 空白试验

随同试样做空白试验。

6.5 试验数据处理

以质量分数 w_1 表示的氧化镁(MgO)含量,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{\rho_1 \times 100 \times 10^{-6}}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——从校准曲线上查得的氧化镁质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

m_1 ——吸取滤液相当于试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,数值修约按 GB/T 8170 规定。

6.6 精密度

取平行测试结果的算术平均值为最终测定结果。平行测试结果的绝对差值应不大于表 3 中所列允许差。

表 3 允许差

氧化镁(MgO)含量(质量分数) %	允许差 %
0.10~1.00	0.08
>1.00~5.00	0.12
>5.00	0.20

7 方法 2 沉淀分离-EDTA 容量法

7.1 原理

试样溶液加 EGTA 和三乙醇胺掩蔽钙、铁、铝等干扰离子,在 $\text{pH}>12$ 的碱性溶液中生成氢氧化镁沉淀,过滤后,沉淀为盐酸溶解,在 $\text{pH}\approx 10$ 的溶液中以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定,即可求出氧化镁含量。

7.2 试剂或材料

7.2.1 水:GB/T 6682,三级。

7.2.2 盐酸溶液:1+9。

7.2.3 氢氧化钠溶液:200 g/L。

7.2.4 氢氧化钠溶液:20 g/L。

7.2.5 三乙醇胺溶液:1+4。

7.2.6 乙二醇二乙醚二胺四乙酸(EGTA)溶液:70 g/L。称取 7 g EGTA,溶解于 30 mL 水中,滴加氢氧化钠溶液(7.2.3)至完全溶解后,用水稀释至 100 mL,摇匀。

7.2.7 氨水溶液:1+1。

7.2.8 氨水-氯化铵缓冲溶液($\text{pH}\approx 10$):称取 67.5 g 氯化铵溶于水,加入 570 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

7.2.9 硫代硫酸钠溶液:50 g/L。

7.2.10 抗坏血酸。

订购号: 0120240922728529 防伪编号: 2024-0923-1137-1066-1773 购买单位: 上海美析仪器

7.2.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。配制与标定执行 GB/T 601。

7.2.12 孔雀绿指示液:1 g/L。

7.2.13 混合指示剂(酸性铬蓝 K-萘酚绿 B):称取 0.1 g 酸性铬蓝 K,0.1 g 萘酚绿 B 和 20 g 干燥氯化钾置于研钵中研细混匀,贮于磨口瓶中。

7.3 试验步骤

7.3.1 平行试验

平行做两份试验。

7.3.2 测试

7.3.2.1 吸收 25.0 mL~50.0 mL 由 GB/T 1871.1—1995 的 7.1.1 或 7.1.2 制备的试样溶液 A 或 B(相当于 0.1 g~0.2 g 试样),置于 300 mL 烧杯中。

7.3.2.2 加水至 100 mL,加入 12 mL EGTA 溶液(7.2.6)、30 mL 三乙醇胺溶液(7.2.5)、5 mL 硫代硫酸钠溶液(7.2.9)(非银坩埚制备的试样溶液,可不加硫代硫酸钠溶液),搅拌片刻,加入 2 滴孔雀绿指示液(7.2.12),用氢氧化钠溶液(7.2.3)中和溶液为无色(锰含量较高的试样,宜用 pH 试纸检验),再过量 2 mL~5 mL。

7.3.2.3 加热至 80 °C 左右,此时沉淀凝聚成块,趁热用快速滤纸(滤纸中置有少量脱脂棉)过滤,用热氢氧化钠溶液(7.2.4)洗涤烧杯和沉淀 3 次~4 次。用 20 mL 热盐酸溶液(7.2.2)分次溶解沉淀于原烧杯中,再用热水洗涤滤纸 6 次~8 次,并稀释至 150 mL。

7.3.2.4 加入约 0.1 g 抗坏血酸(7.2.10)、5 mL 三乙醇胺溶液(7.2.5),搅匀,用氨水溶液(7.2.7)中和溶液 pH 为 7~8(用 pH 试纸检验),加入 10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液(7.2.8)和适量混合指示剂(7.2.13),用 EDTA 标准滴定溶液(7.2.11)滴定至溶液由红色变为纯蓝色为终点。

7.3.3 空白试验

随同试样做空白试验。

7.4 试验数据处理

以质量分数 ω_2 表示的氧化镁(MgO)含量,按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{c \times (V_2 - V_0) \times M}{m_2 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——氧化镁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.30$);

m_2 ——吸取试样溶液相当于试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,数值修约按 GB/T 8170 规定。

7.5 精密度

取平行测试结果的算术平均值为最终测定结果。平行测试结果的绝对差值应不大于表 4 中所列允许差。

表 4 允许差

氧化镁(MgO)含量(质量分数) %	允许差 %
≤1.00	0.12
>1.00~5.00	0.20
>5.00	0.30

8 方法 3 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)

8.1 原理

试样溶液进入等离子体发射光谱仪被雾化后,在高温等离子炬焰中被激发发射出待测元素的特征谱线。在一定浓度范围,被测元素的质量浓度与其特征谱线强度成正比。采用校准曲线法定量测定试样溶液中氧化镁的含量。

8.2 试剂或材料

8.2.1 氢氟酸: $\rho=1.13\text{ g/mL}$ 。

8.2.2 高氯酸: $\rho=1.67\text{ g/mL}$ 。

8.2.3 盐酸: $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

8.2.4 硝酸: $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

8.2.5 盐酸溶液:1+1。

8.2.6 氧化镁标准溶液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

8.2.7 磷酸钙基体溶液:10.00 g/L。称取 1.000 g 预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的磷矿标准物质(GB W 07210)于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加 15 mL 盐酸(8.2.3),5 mL 硝酸(8.2.4),微热至完全溶解。冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

注:可以选择类似 GB W 07210 的磷矿标准物质制备基体溶液。

8.2.8 氩气(Ar):Ar 的体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

8.3 仪器设备

8.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪:符合 JY/T 0567 规定。

8.3.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

8.3.3 控温电热板:最高温度 300 $^{\circ}\text{C}$ 。

8.4 试验步骤

8.4.1 平行试验

平行做两份试验。

8.4.2 试样的分解

8.4.2.1 氢氟酸-高氯酸全溶法

8.4.2.1.1 称取约 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于聚四氟乙烯烧杯(或铂皿)中,用少量水润湿。

8.4.2.1.2 加入 8 mL~10 mL 氢氟酸(8.2.1)、1 mL 高氯酸(8.2.2),低温加热分解冒白烟至近干。用少量水冲洗内壁,加入 2 mL 高氯酸(8.2.2),再加热冒烟至近干(不应蒸干),稍冷,加入 4 mL 盐酸溶液(8.2.5)和适量水,加热溶解可溶性盐类。

8.4.2.1.3 冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。

8.4.2.2 王水溶样法

8.4.2.2.1 称取约 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿。

8.4.2.2.2 小心加入 15 mL 盐酸(8.2.3),5 mL 硝酸(8.2.4),盖上表面皿,在控温电热板(8.3.3)上低温加热至沸,保持微沸 15 min 后,将表面皿移开一部分,继续加热 3 min~5 min 以逐出二氧化氮烟雾(此时溶液体积不少于 8 mL)。

8.4.2.2.3 取下烧杯,用水冲洗表面皿和杯壁,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。

8.4.3 测试

8.4.3.1 按照仪器使用说明书开启仪器,待仪器稳定后,参照附录 A 将仪器工作参数调至最佳。

8.4.3.2 由低到高,依次测量空白试验溶液和试样溶液中镁元素的谱线强度。

8.4.3.3 试样溶液中测得镁元素的谱线强度减去空白试验溶液中镁元素的谱线强度,从校准曲线上查得相应的氧化镁质量浓度。

8.4.3.4 当氧化镁含量(质量分数)小于 10%,采用校准曲线 1;当氧化镁含量(质量分数)大于 10%,采用校准曲线 2。

8.4.4 校准曲线

8.4.4.1 校准曲线 1

量取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 氧化镁标准溶液(8.2.6),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液(8.2.5),用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列氧化镁质量浓度分别为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 、150.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

8.4.4.2 校准曲线 2(加入磷酸钙基体溶液)

量取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 氧化镁标准溶液(8.2.6),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液(8.2.5),准确加入 10.0 mL 磷酸钙基体溶液(8.2.7),用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列氧化镁质量浓度分别为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ 、14.3 $\mu\text{g/mL}$ 、24.3 $\mu\text{g/mL}$ 、44.3 $\mu\text{g/mL}$ 、84.3 $\mu\text{g/mL}$ 、104.3 $\mu\text{g/mL}$ 、154.3 $\mu\text{g/mL}$ 。

8.4.4.3 校准曲线的绘制

与试样溶液相同测试条件,由低到高依次测试标准系列溶液中镁元素的谱线强度,以质量浓度为横坐标,相应的谱线强度为纵坐标,绘制校准曲线。

8.4.5 空白试验

随同试样做空白试验。

8.5 试验数据处理

以质量分数 w_3 表示的氧化镁(MgO)含量,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{\rho_2 \times 100 \times 10^{-6}}{m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_2 ——从校准曲线上查得氧化镁的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

m_3 ——试样的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按 GB/T 8170 规定。

8.6 精密度

取平行测试结果的算术平均值为最终测定结果。平行测试结果的绝对差值应不大于表 5 中所列允许差。

表 5 允许差

氧化镁(MgO)含量(质量分数) %	允许差 %
<2.00	0.10
2.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.35
>10.00	0.50

9 试验报告

试验报告应包括下列信息：

- a) 实验室的名称和地址；
- b) 试样的名称及标识；
- c) 本文件编号；
- d) 分析结果；
- e) 在试验中观察到的异常现象；
- f) 试样本身、仪器等必要的详细说明；
- g) 试验日期。

上海美析仪器 专用

订购号：0120240922728529 防伪编号：2024-0923-1137-1066-1773 购买单位：上海美析仪器

附录 A

(资料性)

电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件

参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 参考工作条件

工作参数	设定值
频率/MHz	27.12
雾化器气流量/(L/min)	0.75
辅助气流量/(L/min)	0.5
冷却气流量/(L/min)	12
功率/W	1 150
观测高度/mm	12.0
长波积分时间/s	5
短波积分时间/s	7
泵速/(r/min)	50
谱线波长/nm	285.2

上海美析仪器 专用

参 考 文 献

- [1] Method of analysis for phosphate rock (Tenth edition 2010). AFPC
-

订单号: 0120240922728529 防伪编号: 2024-0923-1137-1066-1773 购买单位: 上海美析仪器

上海美析仪器 专用

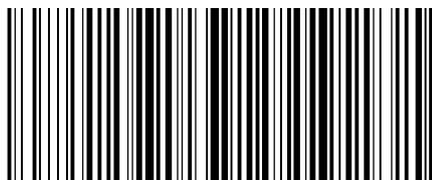
上海美析仪器 专用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 1871.5-2022
购买者: 上海美析仪器
订单号: 0120240922728529
防伪号: 2024-0923-1137-1066-1773
时 间: 2024-09-23
定 价: 31元



GB/T 1871.5-2022



码上扫一扫 正版服务到

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定
火焰原子吸收光谱法、容量法和
电感耦合等离子体发射光谱法
GB/T 1871.5—2022

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2022年10月第一版

*

书号: 155066·1-70952

版权专有 侵权必究