



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.5—2008

GB/T 21994.5—2008

氟化镁化学分析方法 第5部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis of magnesium fluoride—
Part 5: Determination of calcium content—
Method of flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
氟化镁化学分析方法
第5部分：钙含量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 21994.5—2008

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.spc.net.cn

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 0.5 字数 7 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

书号：155066·1-32566 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 21994.5—2008

2008-06-09 发布

2008-12-01 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

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.2 g 干燥试样(6),精确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 称取试料(7.1)于铂皿中,加入少量水,5 mL 高氯酸(4.1),低温加热至冒尽白烟,再次加入少量水和 5 mL 高氯酸(4.1),低温加热至冒尽白烟,取下冷至室温,加入 5 mL 盐酸(4.2)和 30 mL 水,加热溶解盐类,取下冷至室温,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 移取 20.00 mL 试液(7.4.1)于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 氯化锶溶液(4.3)或 1 mL 氯化镧溶液(4.4),用水稀释至刻度,混匀,于火焰原子吸收光谱仪上波长 422.7 nm 以空气-乙炔火焰测定其吸光度。

7.5 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00 mL 钙标准溶液(4.7),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 20 mL 氟化镁基体溶液(4.5),加入 5 mL 氯化锶溶液(4.3)或 1 mL 氯化镧溶液(4.4),用水稀释至刻度,混匀,与试液同时测量吸光度。

8 分析结果的表述

按公式(1)计算钙的质量分数(%):

$$w(\text{Ca}) = \frac{m_1 \times V_1}{m_0 \times V_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的钙质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL)。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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)按以下数据采用线性内插法求得:

钙的质量分数(%): 0.32 0.56 0.95

重复性限 r (%): 0.04 0.08 0.04

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差:

前 言

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分:

——第 1 部分:试样的制备和贮存;

——第 2 部分:湿存水含量的测定 重量法;

——第 3 部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法;

——第 4 部分:镁含量的测定 EDTA 容量法;

——第 5 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 6 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 7 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;

——第 8 部分:硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为第 5 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分参加起草单位:湖南有色氟化学有限责任公司、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人:冯敬东、王桂芳、石磊、黎志坚、朱亮、王波、李冶。