

ICS 77.120.10
H 61



中华人民共和国国家标准

GB/T 22661.5—2008

GB/T 22661.5—2008

氟硼酸钾化学分析方法 第5部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of potassium fluoborate—
Part 5: Determination of calcium content—
Flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
氟硼酸钾化学分析方法
第5部分：钙含量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 22661.5—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
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

书号：155066·1-35904 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 22661.5—2008

2008-12-29 发布

2009-11-01 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,记为 m 。

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 将试料(7.1)置于铂皿(5.1)中,加入 10 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,加热至盐类全部溶解,取下冷至室温,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。

7.4.2 移取 25.00 mL 试液(7.4.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸(4.2),加 2.0 mL 氯化镧溶液(4.3),用水稀至刻度,混匀,于原子吸收分光光度计波长 422.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量钙的吸光度,将所测试液吸光度减去随同试料所做的空白吸光度后,从工作曲线上查得相应的钙的质量浓度。

7.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 钙标准溶液(4.5),分别置于五个铂皿(5.1)中,加入 10 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,加热至盐类全部溶解,取下冷至室温,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,加 2.0 mL 氯化镧溶液(4.3),用水稀至刻度,混匀,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,分别测量标准溶液和“零”浓度溶液(不加钙标准溶液者)的吸光度,以钙的质量浓度为横坐标,吸光度(减去“零”校准溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按式(1)计算钙的质量分数(%):

$$w(\text{Ca}) = \frac{c \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——从工作曲线上查得的钙的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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)的情况不超过 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/%:	0.008	0.033	0.079
重复性限 r /%:	0.001	0.004	0.010

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 22661《氟硼酸钾化学分析方法》共分为 10 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:氟硼酸钾含量的测定 氢氧化钠容量法;

——第 4 部分:镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 5 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 6 部分:硅含量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 7 部分:钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 8 部分:游离硼酸含量的测定 氢氧化钠容量法;

——第 9 部分:氯含量的测定 硝酸汞容量法;

——第 10 部分:五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 22661 的第 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。

本部分起草单位:多氟多化工股份有限公司。

本部分参加起草单位:湖南有色氟化学有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院、衡阳市邦友化工科技有限公司。

本部分主要起草人:薛旭金、施秀华、李永强、王建萍、刘慈军、许随军、朱亮、黎志坚、王春霞、申志花、刘志鸿、黄尤菊、刘敏。