



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.12—2006

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第 12 部分：火焰原子吸收光谱法 测定氧化钙含量

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—
Part 12: The atomic absorption spectrophotometric
method for the determination of calcium oxide content

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 13 部分：

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量；
- 第 2 部分 灼烧减量的测定；
- 第 3 部分 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟含量；
- 第 4 部分 EDTA 容量法测定铝含量；
- 第 5 部分 火焰原子吸收光谱法测定钠含量；
- 第 6 部分 钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量；
- 第 7 部分 邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量；
- 第 8 部分 硫酸钡重量法测定硫酸根含量；
- 第 9 部分 钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量；
- 第 10 部分 重量法测定游离氧化铝含量；
- 第 11 部分 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量；
- 第 12 部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第 13 部分 试样的制备和贮存。

本部分为第 12 部分。

本部分由中国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝厂、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝厂起草。

本部分由湖南湘铝有限责任公司、多氟多化工股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：冯颖新、刘淑兰、孙宇飞、朱起顺、宇红军。

本部分主要验证人：朱辉、刘佳强、薛旭金、施秀华、黎志坚。

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第 12 部分：火焰原子吸收光谱法

测定氧化钙含量

1 范围

本部分规定了冰晶石中氧化钙含量的测定方法。

本部分适用于冰晶石中氧化钙含量的测定。测定范围(质量分数)： $\leq 1.25\%$ 。

2 方法提要

试料用高氯酸赶氟，加热至高氯酸烟冒尽后用盐酸和水溶解，在氯化镧存在下，于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处，以空气-乙炔富燃性火焰进行钙量测定。

3 试剂

3.1 高氯酸($\rho 1.67$ g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)：优级纯。

3.3 钠溶液(7.5 mg/mL)：称取 9.5 g 高纯氯化钠，以水定溶于 500 mL 容量瓶中。

3.4 钠溶液(1.5 mg/mL)：移取 20 mL 钠溶液(3.3)于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.5 氯化镧溶液(200 g/L)：取 100 g $\text{LaCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ，以水定容于 500 mL 容量瓶中。

3.6 铝溶液(4 mg/mL)：称取 4.00 g 经酸洗的高纯铝，置于 500 mL 烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为 120 mL 的盐酸(3.2)，加一滴汞助溶，待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.7 铝溶液(0.8 mg/mL)：移取 20 mL 铝溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.8 钙标准贮存溶液：称取 1.248 6 g 预先于 105℃ 烘干的碳酸钙，置于 250 mL 烧杯中，盖上表皿，加 50 mL 水后，加 10 mL 盐酸(3.2)微热，待反应完全后，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 钙。

3.9 钙标准溶液：移取 25.00 mL 钙标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 钙。

4 仪器及设备

原子吸收光谱仪，附钙的空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标均可使用。

——特征浓度：在与测量试样的基体相一致的溶液中，钙的特征浓度应不大于 $0.24 \mu\text{g/mL}$ 。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%，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，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段吸光度差值与最低段吸光度差值之比不小于 0.7。

5 试样

试样应符合 YS/T 273.13 中 3.3 的要求。