



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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

1 范围

本部分规定了氟化镁中钙量的测定方法。

本部分适用于氟化镁中钙量的测定。测定范围： $\leq 1.5\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款，通过本部分的引用而成为本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

GB/T 21994.1—2008 氟化镁化学分析方法 第1部分：试样的制备和贮存

3 方法提要

试料用高氯酸、盐酸分解，用氯化镧溶液或氯化铈溶液作释放剂，采用火焰原子吸收光谱法测定钙含量。

4 试剂

4.1 高氯酸（GR， $\rho 1.67 \text{ g/cm}^3$ ）。

4.2 盐酸（1+1）。

4.3 氯化铈（ SrCl_2 ）溶液（100 g/L）。

4.4 氯化镧（ $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）溶液（100 g/L）。

4.5 氟化镁（ MgF_2 ）基体溶液：称取 0.2000 g 氟化镁（光谱纯）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，用水稀至刻度，混匀。

4.6 钙标准贮存溶液：称取 1.248 6 g 碳酸钙（ CaCO_3 ，基准试剂于 110°C 烘干 2 h，在干燥器中冷却至室温）于 500 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，10 mL 盐酸（4.2），加微热溶解，继续加热除去 CO_2 ，取下冷至室温，将溶液移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.000 mg 钙。

4.7 钙标准溶液：

移取 20.00 mL 钙标准贮存溶液（4.6）于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 0.100 0 mg 钙。

5 仪器及设备

5.1 铂金皿。

5.2 火焰原子吸收光谱仪，配有钙空心阴极灯，使用瓶装乙炔气。

6 试样

试样应符合 GB/T 21994.1—2008 中 3.3 的要求。