



中华人民共和国国家标准

GB/T 22660.5—2008

氟化锂化学分析方法 第5部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法

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

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

前 言

GB/T 22660《氟化锂化学分析方法》分为 8 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 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：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 GB/T 22660 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。

本部分负责起草单位：多氟多化工股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

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。

本部分主要起草人：韩世军、李永强、薛旭金、师玉萍、许随军、卜法见、朱亮、黎志坚、陈喜连、兰文慧。

氟化锂化学分析方法

第5部分：钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 22660 的本部分规定了氟化锂中钙含量的测定方法。

本部分适用于氟化锂中钙含量的测定。测定范围： $\leq 0.50\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22660 的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 22660.1—2008 氟化锂化学分析方法 第1部分：试样的制备和贮存

3 方法提要

试料用高氯酸赶氟，加热至高氯酸烟冒尽，用盐酸和水溶解，在硝酸镧存在下，于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处，以空气-乙炔火焰进行钙含量的测定。

4 试剂

4.1 高氯酸($\rho 1.67$ g/mL)。

4.2 盐酸(1+1)优级纯。

4.3 锂溶液(7.5 mg/mL)：准确称取 6.562 8 g 纯度为 99.9% 的 $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，以水定容于 500 mL 容量瓶中。

4.4 硝酸镧溶液(200 g/L)：准确称取 100 g $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，以水定容于 500 mL 容量瓶中。

4.5 钙标准贮存溶液：准确称取 1.248 6 g 预先在 110 °C 烘干并在干燥器中冷却的基准碳酸钙，置于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 50 mL 水后，加 10 mL 盐酸(4.2)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 中含有 1.000 0 mg 钙离子。

4.6 钙标准溶液：移取钙标准贮存溶液(4.5)10 mL 置于 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀，则此溶液浓度为：40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5 仪器及设备

5.1 铂皿：直径 80 mm，高 35 mm。

5.2 原子吸收光谱仪，附钙空心阴极灯。

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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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%。