中华人民共和国工业和信息化部 发布

202×-××-××实施

202×-××-××发布

冰晶石化学分析方法和物理性能测定

第12部分：钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite-

Part12: Determination of calcium content —

Flame atomic absorption spectrometric method

(草案）

YS/T 273.12 -202X

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

**ICS 71.100.10**

**H 21**

1. 前 言

1. 本文件是按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》的第12部分，YS/T 273 已发布了如下部分：

——第1部分：湿存水含量的测定 重量法；

——第2部分：灼烧减量的测定 重量法；

——第3部分：氟含量的测定；

——第4部分；铝含量的测定 EDTA容量法；

——第5部分：钠含量的测定 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；

——第9部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第10部分：游离氧化铝含量的测定 重量法；

——第11部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第12部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第13部分：试样的制备和贮存；

——第14部分：元素含量的测定 X射线荧光光谱法；

——第15部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第16部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第17部分：元素含量的测定 ICP-AES法；

——第18部分：物相定性分析 X—射线衍射法。

1. 本文件是对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：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法》的修订，本文件与YS/T 273.12-2006相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——增加了标准使用安全警告；

——增加了规范性引用文件；

——修改了钙的测量范围，由“≤1.25%。”修改为“0.020% ~ 3.00%。”

——增加钙的质量分数在 “＞1.25～3.00%”对样品溶液进行分取的步骤；

——增加了系列标准溶液中工作曲线的配制，根据试料中钙含量的不同，绘制了相应的工作曲线。

——将精密度中允许差修改为再现性限；

——确认重复性限与再现性限；

——删除质量保证与控制；

——增加了“实验报告”。

1. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。
2. 本文件由中铝郑州有色金属研究院有限公司、XXX、XXX起草。
3. 本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第12部分：钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了冰晶石中钙含量的测定方法。

本文件适用于冰晶石中钙含量的测定。测定范围（质量分数）：0.020%～3.00％。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 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422.7nm处，以空气—乙炔火焰进行钙量测定。

4 试剂

4.1 高氯酸（ρ1.67g／mL）。

4.2 盐酸（1＋1）：优级纯。

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

4.4 钠溶液（1.5mg／mL）：移取20mL钠溶液（4.3）于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.5 氯化镧溶液（200g／L）：取100gLaCl3·nH2O，以水定容于500mL容量瓶中。

4.6 铝溶液（4mg／mL）：称取4.00g经酸洗的高纯铝，置于500mL烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为120mL的盐酸（4.2），待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.7 铝溶液（0.8mg／mL）：移取20mL铝溶液（4.6）于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.8 钙标准贮存溶液：称取1.2486g预先于105℃烘干的碳酸钙，置于250mL烧杯中，盖上表皿，加50mL水后，加10mL盐酸（4.2）微热，待反应完全后，冷却，移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1.00mg钙。

4.9 钙标准溶液：移取25.00mL钙标准贮存溶液（4.8）于500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.05mg钙。

5 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0.24μg／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的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。

6 试样

试样应符合YS／T 273.13中3.3的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取0.2 g试样（6），精确至0.0001g。

7.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做试剂空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料（7.1）置于150mL铂皿中，加入7mL高氯酸（4.1）混匀后放在电炉上低温上加热，待高氯酸烟冒尽，取下冷却，加入1mL盐酸（4.2），加40mL～50mL热水，放电炉上低温加热至盐类溶解，冷却。

7.4.2 根据试料中钙的质量分数按表1处理。

表1

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 钙的质量分数／％ | 定容体积／mL | 分取体积／mL | 稀释体积／mL | 氯化镧溶液加入量／mL |
| 0.020～0.25 | 100 | 50 | 100 | 4 |
| ＞0.25～1.25 | 100 | 10 | 100 | 3 |
| ＞1.25～3.00 | 250 | 10 | 100 | 3 |

7.4.3 将随同试料所做的空白试验溶液(7.3)及根据试料中钙的质量分数而制备的试液（7.4.2）于原子吸收光谱仪波长422.7nm处，用空气—乙炔富燃性火焰，以水调零，测量钙的吸光度，从工作曲线上查得相应的钙量。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 系列标准溶液的制备

7.5.1.1 适用于质量分数为0.020%～0.25％的钙含量

移取0mL，1.00mL，2.00mL，3.00mL，4.00mL，5.00mL钙标准溶液（4.9）分别置于一组100mL容量瓶中，各加入4mL钠溶液（4.3），4mL铝溶液（4.6），4mL氯化镧溶液（4.5），以水稀释至刻度，混匀。

7.5.1.2 适用于质量分数为＞0.25％～1.25％的钙含量

移取0mL，1.00mL，2.00mL，3.00mL，4.00mL，5.00mL钙标准溶液（4.9）分别置于一组100mL容量瓶中，各加入4mL钠溶液（4.4），4mL铝溶液（4.7），3mL氯化镧溶液（4.5），以水稀释至刻度，混匀。

7.5.1.3 适用于质量分数为＞1.25％～3.00％的钙含量

移取0mL，1.00mL，2.00mL，3.00mL，4.00mL，5.00mL钙标准溶液（3.9）分别置于一组100mL容量瓶中，各加入1.6mL钠溶液（4.4），1.6mL铝溶液（4.7），3mL氯化镧溶液（4.5），以水稀释至刻度，混匀。

7.5.2 将系列标准溶液（7.5.1）于原子吸收光谱仪波长422.7nm处用空气-乙炔富燃性火焰，以水调零，分别测定系列标准溶液试液和“零浓度”溶液（不加钙标准溶液者）的吸光度，以钙的浓度为横坐标，吸光度（减去“零浓度”溶液的吸光度）为纵坐标，绘制工作曲线。

8 试验数据处理

8.1 钙元素的含量钙元素的质量分数*w*Ca计，按式（1）计算。

···············（1）

式中：

*c***——**自工作曲线上查得的钙浓度，单位为毫克每毫升（μg/mL）；

*V*0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——测量时试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*0——试料的质量，单位为克（g）。

8.2 计算结果表示至小数点后两位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性限

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两次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：

表2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Ag/% |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |

9.2 再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限*R*，超过再现性限R的情况不超过5%。再现性限*R*按以下数据采用线性内插法或外延法求得。

表3

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Ag/% |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试验方法标准编号及名称；

——关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；

——以适当的形式表达试验结果；

——试验过程中出现的异常现象；

——在本方法标准中没有明确说明或是可选择的、且可能影响结果的任何操作；

——试验、审核等相关责任人的签名。