

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 520.5—2007
代替 YS/T 520.5—2006

镓化学分析方法 第 5 部分：钙含量的测定 一氧化二氮-乙炔火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis of gallium—
Part 5: Determination of calcium content—
The N₂O-C₂H₂ flame atomic absorption spectral method

2007-11-14 发布

2008-05-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 520—2007《镓化学分析方法》是对 YS/T 520—2006(原 GB/T 4375—1984)的修订,共分为 12 个部分:

- 第 1 部分:铜含量的测定 2,9-二甲基-4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲分光光度法
- 第 2 部分:铅含量的测定 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚分光光度法
- 第 3 部分:铝含量的测定 铬天青 S-溴化十四烷基吡啶分光光度法
- 第 4 部分:铁含量的测定 4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲分光光度法
- 第 5 部分:钙含量的测定 一氧化二氮-乙炔火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分:锡含量的测定 水杨基荧光酮-溴化十六烷基三甲基铵分光光度法
- 第 7 部分:硅含量的测定 萃取-钼蓝分光光度法
- 第 8 部分:铟含量的测定 乙基紫分光光度法
- 第 9 部分:锆含量的测定 苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚萃取分光光度法
- 第 10 部分:锌含量的测定 原子吸收光谱法
- 第 11 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- 第 12 部分:铅、铜、镍、铝、铟和锌含量的测定 化学光谱法

本部分为第 5 部分。

本部分代替 YS/T 520.5—2006(原 GB/T 4375.5—1984)。

本部分是对 YS/T 520.5—2006《镓化学分析方法 第 5 部分:钙含量的测定 一氧化二氮-乙炔火焰原子吸收光谱法》的编辑性整理。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由中国铝业股份有限公司山东分公司负责起草。

本部分起草人:陈建立、范瑛、祁彦利、田蕊。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 520.5—2006(原 GB/T 4375.5—1984)。

镓化学分析方法

第 5 部分：钙含量的测定

一氧化二氮-乙炔火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了镓中钙含量的测定方法。

本部分适用于镓中钙含量的测定。测定范围：0.000 30%~0.008 0%。

2 方法提要

试料用硝酸和盐酸分解，以盐酸驱除硝酸，于 8 mol/L 盐酸溶液中，用异丙醚萃取分离镓后加入一定量锶盐为释放剂，在硝酸-盐酸介质中，于原子吸收分光光度计波长 422.7 nm 处，以一氧化二氮-乙炔火焰进行钙的测定。

3 试剂

- 3.1 硝酸：以优级纯硝酸(ρ 1.42 g/cm³)为原料，于石英蒸馏器中加热保持微沸蒸馏，取中间馏分贮于石英瓶中备用。
- 3.2 硝酸(8 mol/L)：用硝酸(3.1)配制。
- 3.3 盐酸：亚沸蒸馏提纯。
- 3.4 盐酸(8 mol/L)：用盐酸(3.3)配制。
- 3.5 异丙醚：于分液漏斗中先用 100 g/L 盐酸羟氨溶液或 200 g/L 硫酸亚铁铵溶液振荡洗涤除去过氧化物，然后移入蒸馏瓶中，于 80℃ 水浴上蒸馏提纯，收集 67℃~69℃ 的馏份。再用盐酸(3.4)饱和。
- 3.6 洗涤液：异丙醚(3.5)饱和过的盐酸(3.4)。
- 3.7 氯化锶溶液：称取 4.5 g 高纯氯化锶(SrCl₂·6H₂O)，用水溶解并稀释至 100 mL。此溶液 1 mL 约含 1.5 mg 锶。
- 3.8 硝酸-盐酸混酸：硝酸(3.2)和盐酸(3.4)按等体积混合。
- 3.9 钙标准贮存溶液：称取 0.249 7 g 预先于 105℃~110℃ 烘 2 h 并在干燥器中冷至室温的基准碳酸钙[$w(\text{CaCO}_3) \geq 99.99\%$]，置于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 水，滴加盐酸(3.3)至完全溶解并过量 10 mL，煮沸驱除二氧化碳。冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钙。
- 3.10 钙标准溶液：移取 50.00 mL 钙标准贮存溶液(3.9)，置于 500 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钙。

4 仪器

原子吸收分光光度计。

5 试样

将盛于密封聚四氟乙烯瓶中的试样，置于 50℃ 的水浴中至试样全部转化为液体状态，摇匀、冷却至室温备用。