



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.15—2006

代替 GB/T 12690.16—1990, GB/T 12690.28—2000

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钙量的测定

Chemical analysis methods for non-rare earth metals and their oxide—
Determination of calcium oxide content

2006-04-13 发布

2006-10-01 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

本部分代替 GB/T 12690.16—1990《稀土金属及其氧化物化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钙量》、GB/T 12690.28—2000《稀土金属及其氧化物化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土氧化物中氧化钙》，本部分与前一版本相比主要变化如下：

——电感耦合等离子体发射光谱法及火焰原子吸收光谱法只作文字编辑，并增加了精密度(重复性)条款。

两个方法的分析范围有重叠部分时，以方法 1 作为仲裁方法。

本部分由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本部分由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由北京有色金属研究总院、江阴加华新材料资源有限公司起草。

本部分方法 1 由上海跃龙新材料股份有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：刘文华、杨惠晴。

本部分方法 1 主要验证人：谈世群、封望亭。

本部分方法 2 由北京有色金属研究总院、江阴加华新材料资源有限公司起草。

本部分方法 2 由包头稀土研究院参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：吴海洲、谢建伟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 12690.16—1990、GB/T 12690.28—2000。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钙量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法(方法 1)

1 范围

本标准规定了稀土金属及其氧化物中钙量的测定方法。

本标准适用于稀土金属及其氧化物中钙量的测定,测定范围:0.000 5%~0.050%。

2 方法原理

试样以盐酸或硝酸溶解,在稀酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 氧化钙标准贮存溶液:称取 1.785 7 g 经 110℃ 烘干的无水碳酸钙于 200 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸(3.2)溶解,煮沸以除尽二氧化碳。冷却至室温,溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钙。

3.5 氧化钙标准溶液:将氧化钙标准贮存溶液(3.4)用盐酸(1+19)稀释成 1 mL 含 5 μg 氧化钙的标准溶液。

3.6 氧化镧基体溶液:称取 25.000 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化镧(氧化钙含量<0.000 1%),置于 500 mL 烧杯中,加 100 mL 水,在低温加热并不断搅拌下,缓慢加入 100 mL 盐酸(3.2)或硝酸(3.3)。继续加热至完全溶解,冷却至室温。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 50 mg 氧化镧。

3.7 氧化铈基体溶液:称取 25.000 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化铈(氧化钙含量<0.000 1%),置于 500 mL 烧杯中,加 100 mL 水,在低温加热并不断搅拌下,缓慢加入 100 mL 硝酸(3.3),滴加过氧化氢(3.1)助溶。继续加热至完全溶解,冷却至室温。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 50 mg 氧化铈。

3.8 氧化镨基体溶液:称取 25.000 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化镨(氧化钙含量<0.000 1%),置于 500 mL 烧杯中,加 100 mL 水,在低温加热并不断搅拌下,缓慢加入 100 mL 盐酸(3.2)或硝酸(3.3)。继续加热至完全溶解,冷却至室温。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 50 mg 氧化镨。

3.9 氧化钕基体溶液:称取 25.000 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化钕(氧化钙含量<0.000 1%),置于 500 mL 烧杯中,加 100 mL 水,在低温加热并不断搅拌下,缓慢加入 100 mL 盐酸(3.2)或硝酸(3.3)。继续加热至完全溶解,冷却至室温。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 50 mg 氧化钕。

3.10 氧化钐基体溶液:称取 25.000 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化钐(氧化钙含量<0.000 1%),置于