



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.3—2010
代替 GB/T 18114.3—2000

稀土精矿化学分析方法 第 3 部分：氧化钙量的测定

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—
Part 3: Determination of calcium oxide content

2011-01-14 发布

2011-11-01 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 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分：

- 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氧化钪量的测定；
- 第 3 部分：氧化钙量的测定；
- 第 4 部分：氧化铈、氧化钆、氧化钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅量的测定；
- 第 7 部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 8 部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法；
- 第 10 部分：水分的测定 重量法；
- 第 11 部分：氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 3 部分。

本部分是对 GB/T 18114.3—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化钙量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.3—2000 相比，主要有如下变动：

- 增加了 EDTA 的测定方法；
- 火焰原子吸收方法中的测定范围由 0.50%~5.00% 调整为 0.50%~3.00%；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

两个方法的分析范围出现重叠时，以方法 1 为仲裁方法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、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 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 1 由内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司、赣州有色冶金研究所参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：包香春、张立锋、崔爱端。

本部分方法 1 参加起草人：李淑萍、曹俊杰、张桂梅、陈涛、赖剑。

本部分方法 2 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 2 由内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：周凯红、张翼明。

本部分方法 2 参加起草人：吴广伟、周晓东、曹俊杰、刘荣丽、崔益新。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18114.3—2000。

稀土精矿化学分析方法

第3部分:氧化钙量的测定

1 范围

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中氧化钙含量的测定方法。

本部分适用于稀土精矿中氧化钙含量的测定。方法1测定范围:0.50%~3.00%;方法2测定范围:2.00%~20.00%。

方法1 火焰原子吸收光谱法

2 原理

试料经氢氧化钠-过氧化钠熔融分解,热水浸出。以氯化锶和EDTA消除共存离子的干扰。在5%的盐酸介质中,采用标准加入法,于原子吸收光谱仪波长422.7 nm处测定氧化钙量。

3 试剂

3.1 氢氧化钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+19)。

3.7 氢氧化钠洗液(20 g/L)。

3.8 氯化锶溶液(100 g/L)。

3.9 EDTA溶液(40 g/L)。

3.10 氧化钙标准贮存溶液:称取0.1785 g 碳酸钙($w > 99.99\%$)(预先经105℃~110℃干燥至恒重),加10 mL水,再加10 mL盐酸(3.3)溶解,移入100 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。

3.11 氧化钙标准溶液:分取5.00 mL氧化钙标准贮存溶液(3.10)于100 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含50 μ g氧化钙。

3.12 乙炔气($w > 99.99\%$)。

4 仪器

原子吸收光谱仪,配有钙空心阴极灯及空气-乙炔燃烧器。

5 试样

5.1 试料的粒度应研磨至通过0.074 mm筛。

5.2 试料经105℃~110℃烘2 h,置于干燥器中冷却至室温。