



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.6—1996

## 氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化钙量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate  
—Determination of calcium oxide content



C9709709

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

附录 A  
仪器工作表  
/ 表 A.1

使用下列型号原子吸收分光光度计测量钙参考工作标准值如下

| 仪器型号   | 波长<br>nm | 灯电流<br>mA | 吸收灵敏度<br>mg/L | 检出限<br>mg/L |
|--------|----------|-----------|---------------|-------------|
| WFX-1B | 422.7    | 3.0       | 0.1           | 0.01        |
| WT-710 | 422.7    | 2.0       | 0.2           | 0.01        |
| WFX-1F | 422.7    | 1.0       | 0.2           | 0.01        |

附加说明:

本标准由国家计划委员会归口。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院归口。

本标准主要起草人刘文学、姜海英。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法  
氧化钙量的测定

GB/T 16484.6—1996

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字

1996年12月第一版 1996年12月第一次印刷

印数 1—1 000

\*

书号: 155066·1-13317 定价 5.00 元

\*

标 目 300—69

## 中华人民共和国国家标准

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法  
氧化钙量的测定

GB/T 16484.6—1996

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate  
—Determination of calcium oxide content

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化钙含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化钙含量的测定。测定范围:0.1%~5%。

## 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

## 3 方法原理

试样经盐酸或硝酸溶解,在稀酸介质中,用空气-乙炔火焰,在原子吸收分光光度计波长 422.7 nm 处测量钙的吸光度。用标准加入法计算氧化钙的含量。

## 4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

4.2 过氧化氢(30%)。

4.3 盐酸(1+1)。

4.4 钙标准贮存溶液:称取 1.784 8 g 经 110℃ 烘干的碳酸钙于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(4.3)溶解、煮沸除尽二氧化碳,冷却至室温,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。

4.5 钙标准溶液:移取 10.00 mL 氧化钙标准贮存溶液(4.4)于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 40  $\mu$ g 氧化钙。

## 5 仪器

原子吸收分光光度计,附钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.11  $\mu$ g/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%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于0.7。

仪器工作条件见附录A(参考件)。

## 6 试样

6.1 氯化稀土试样的制备:将试样破碎,迅速置于称量瓶中,立即称量。

6.2 碳酸稀土试样的制备:将试样于105℃烘烤1.5 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定数量

称取二份试料进行平行测定,取其平均值。

### 7.2 试料

按表1称取试料,精确至0.000 1 g。

表1

| 氧化钙含量<br>% | 试料<br>g | 溶液总体积<br>mL | 移取试液体积<br>mL |
|------------|---------|-------------|--------------|
| 0.1~0.50   | 0.100 0 | 50          | 5            |
| 0.50~2.00  | 0.100 0 | 200         | 5            |
| 2.00~5.00  | 0.100 0 | 200         | 2            |

### 7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.4 测定

7.4.1 将试料(7.2)置于100 mL烧杯中,加5 mL盐酸(4.3)[若试样难熔改加5 mL硝酸(4.1)],加1 mL过氧化氢(4.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温。

7.4.2 将溶液(7.4.1)按表1移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3 按表1移取4份试液(7.4.2)于一组10 mL容量瓶中,分别加入0,0.50,1.00,1.50 mL钙标准溶液(4.5),用水稀至刻度,混匀。

7.4.4 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收分光光度计波长422.7 nm处,用氘灯扣背景,以水调零测量试液(7.4.3)的吸光度,以氧化钙浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准加入曲线,用外推法从标准加入曲线上查得被测溶液的氧化钙浓度。

## 8 分析结果的计算与表述

按下式计算试料中氧化钙的百分含量:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{(c - c_0)VV_2 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100$$

式中:  $c$ ——从标准加入曲线上查得的被测试液的氧化钙浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$c_0$ ——从标准加入曲线上查得的试料空白溶液的氧化钙浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V$ ——试液的总体积, mL;

$V_1$ ——移取试液的体积, mL;

$V_2$ ——被测试液的体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g。

## 9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

| 氧化钙含量    | 允许差  |
|----------|------|
| 0.10~1.0 | 0.05 |
| >1.0~2.5 | 0.10 |
| >2.5~5.0 | 0.20 |



附录 A  
仪器工作条件  
(参考件)

使用下列型号原子吸收分光光度计测量钙参考工作条件如下表：

| 仪器型号   | 波长<br>nm | 灯电流<br>mA | 单色器通带<br>nm | 燃烧器高度<br>mm | 空气流量<br>L/min | 乙炔流量<br>L/min |
|--------|----------|-----------|-------------|-------------|---------------|---------------|
| WFX-1B | 422.7    | 3.0       | 0.1         | 7.5         | 7             | 1.5           |
| WFX-1D | 422.7    | 2.0       | 0.2         | 8.5         | 7.5           | 1.3           |
| WFX-1F | 422.7    | 2.0       | 0.2         | 8.5         | 7             | 1.2           |

附加说明：

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人刘文华、吴海舟。